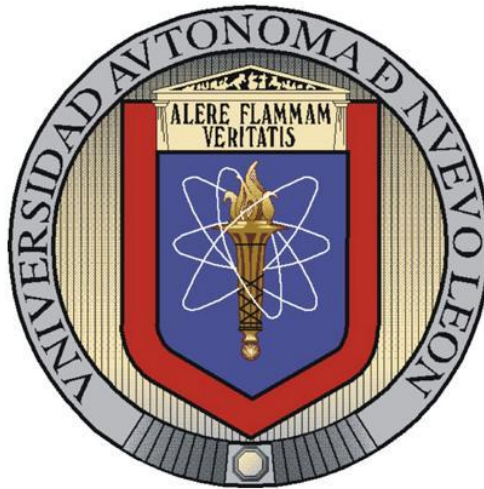


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**



**EFFECTO Y COMPARACIÓN DE TÉCNICAS DE DEFORMACIÓN PLÁSTICA  
SEVERA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS EN  
UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO 6060**

**POR**

**EDGAR ALBERTO ORTIZ CUELLAR**

**T E S I S**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

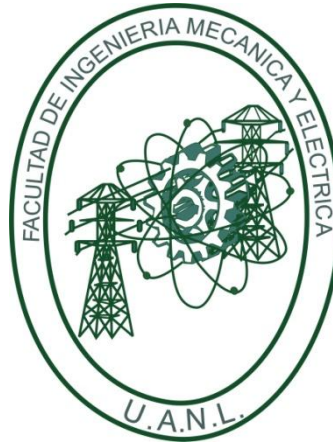
**CIUDAD UNIVERSITARIA**

**ENERO DEL 2010**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



**EFFECTO Y COMPARACIÓN DE TÉCNICAS DE DEFORMACIÓN PLÁSTICA  
SEVERA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS EN  
UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO 6060**

POR

EDGAR ALBERTO ORTIZ CUELLAR

T E S I S

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

ENERO DEL 2010

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA  
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de tesis, recomendamos que la tesis "Efecto y Comparación de Técnicas de Deformación Plástica Severa sobre la Microestructura y Propiedades Mecánicas en una Aleación de Aluminio 6060" realizada por el Ing. Edgar Alberto Ortiz Cuellar sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis



Asesor

Dr. Edgar Omar García Sánchez.



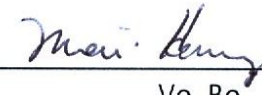
Coasesor

Dr. Marco A.L. Hernández Rodríguez



Coasesor

Dr. Edgar López Chipres.



Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

San Nicolás de los Garza, N. L., Enero del 2010

# DEDICATORIA

*A mi familia y amigos de quienes*

*he aprendido mucho*



# AGRADECIMIENTOS

A mis padres Rubén Ortiz y Gloria Cuellar por todo el apoyo brindado en todos los aspectos a lo largo de mi vida, por impulsarme y abrirme las puertas a mis estudios profesionales y por sus grandes ejemplos para crecer como persona. A mis hermanos Paul y Araceli por estar siempre conmigo.

A mi asesor, el Dr. Edgar García quien es el iniciador de este gran proyecto innovador, por orientarme y guiarme en todo el trabajo realizado, por sus consejos, su paciencia, por facilitarme las herramientas necesarias para lograr los objetivos, por su gran confianza y por su valiosa amistad.

Al Dr. Edgar López, por sus ideas, consejos y la gran ayuda en mejorar y colaborar en los objetivos de este proyecto de tesis, por su gran interés en este tema, por su apoyo en la parte experimental de este trabajo, por su tiempo, confianza y su amistad.

Al Dr. Marco Hernández por su valioso tiempo y su apoyo en este tema de investigación, por su confianza y su amistad.

A la Dra. Lauren, el Dr. Arturo Juárez y el Dr. Enrique López por sus consejos y apoyo brindado en la realización de este proyecto.

A mis profesores de clase que trabajan en el área de materiales, especialmente a mis amigos por contribuir con su granito de arena principalmente en el laboratorio de doctorado, por sus ideas, sugerencias, por compartir sus conocimientos y enriquecer este proyecto.

Gracias a la Universidad Autónoma de Nuevo León, al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la oportunidad de realizar mis estudios de posgrado.

# ÍNDICE

RESUMEN	IX
INTRODUCCIÓN	1
JUSTIFICACIÓN	4
OBJETIVOS	6
HIPÓTESIS	6
<b>CAPÍTULO I. Antecedentes</b>	<b>7</b>
1.1 Aleaciones de aluminio de la serie 6xxx (Al-Mg-Si)	7
1.1.1 Características generales y aplicaciones estructurales	7
• Introducción	7
• Aleaciones de la serie 6xxx y aplicaciones estructurales	7
1.1.2 Proceso convencional de extrusión en aleaciones de aluminio de la serie 6xxx	11
1.1.3 Fases presentes en aluminio de la serie 6xxx	12
• Fase monoclinica $\beta$	13
• Fase hexagonal $\alpha_h$	14
• Fase cúbica $\alpha_c$	14
• Otras fases	16
1.2 Métodos para nanoestructurar materiales	17
1.2.1 Metalurgia de polvos	17
1.2.2 Deformación plástica severa (SPD) como método alternativo para nanoestructurar aleaciones metálicas en estado sólido	18
1.2.3 Características microestructurales derivadas el procesamiento por SPD	19

1.2.4 Propiedades que exhiben los materiales (metales), procesados mediante técnicas de SPD	21
• Resistencia y Ductilidad	21
• Superplasticidad	27
• Resistencia a la fatiga	28
• Estabilidad térmica	29
1.2.5 Métodos de deformación plástica severa	30
• Introducción	30
• Presión en canal angular constante (ECAP)	31
• Torsión a alta presión (HPT)	37
• Unión por laminación acumulada (ARB)	38
• Forja Multidireccional (MDF)	39
• Compresión y extrusión cíclica (CEC)	40
• Doblado y enderezado repetitivo (RCS)	41
• Extrusión torcional (TE)	42
1.2.6 Investigaciones actuales y tendencias	43
 <b>CAPÍTULO II. Procedimiento Experimental</b>	 <b>45</b>
2.1 Introducción	45
2.2 Diseño, Fabricación del dado y condiciones del material de inicio	46
• Diseño y fabricación del dado para SPD	47
• Condiciones de material de inicio	49
• Tratamiento térmico de homogenizado	49
2.3 Procesamiento por SPD	51
2.3.1 Presión en canal angular constante (ECAP)	52
2.3.2 Presión en doble canal angular constante (DECAP)	55
2.3.3 Presión en canal angular constante en forma de "T" (TS-ECAP)	59
2.4 Preparación de muestras procesadas por SPD	61
2.4.1 Tratamiento térmico de envejecido y corte de muestras deformadas	61
2.4.2 Preparación de muestras para caracterización mecánica	63
• Microdureza	63

• Preparación de muestras para ensayo de tensión	65
2.4.3 Preparación de muestras para caracterización microestructural	66
• Preparación para microscopía óptica y SEM	66
• Preparación de muestras para microscopía electrónica de transmisión (TEM)	68
2.5 Calorimetría Diferencial De Barrido (DSC)	69
• Preparación de muestras para DSC	69
<b>CAPÍTULO III. Análisis de Resultados y Discusión</b>	<b>71</b>
3.1 Introducción	71
3.2 Mapas de microdureza, deformación efectiva y sentido de flujo en Al6060	72
• ECAP	72
• DECAP	76
• TS-ECAP	
• Comparación entre técnicas de SPD y su relación con deformación efectiva	79
3.3 Efecto del tratamiento térmico de envejecido en las técnicas de SPD sobre la dureza	83
3.4 Ensayos de Tensión	87
• ECAP	87
• DECAP	91
• TS-ECAP	93
3.4.1 Comparación de propiedades mecánicas en técnicas de SPD, con referencia al AL6060 con tratamiento de Homogenizado	94
3.5 Microscopía óptica (análisis microestructural)	98
3.5.1 Al6060 estándar y Al6060 con tratamiento térmico de homogenizado	98
3.5.2 Inicio de la evolución microestructural por técnicas de SPD (ECAP, DECAP, TS-ECAP)	100
3.6 Microscopía electrónica de transmisión (TEM), análisis microestructural	107
• TS-ECAP	107
• DECAP	110

•	<i>ECAP</i>	111
3.7	Microscopía electrónica de barrido (SEM), análisis de fases	118
3.7.1	Microanálisis y fragmentación de fases	118
3.7.2	Orientación de fases por sentido de flujo en SPD	123
3.7.3	Análisis estadístico del efecto de SPD en la dispersión de las fases sobre la matriz de Al6060 por las técnicas ECAP, DECAP y TS-ECAP	126
3.8	Análisis térmico, mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC)	131
<b>CAPÍTULO IV. Conclusiones</b>		138
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		141
ÍNDICE DE TABLAS		144
ÍNDICE DE FIGURAS		145
APÉNDICE A		153

# RESUMEN

El incremento en la demanda de materiales ligeros, de alta resistencia y ductilidad en sectores como la industria del transporte, de construcción, aeroespacial, de deportes y sector militar, hacen que las aleaciones base aluminio principalmente de la serie 6xxx y 7xxx, sean aplicadas y ampliamente utilizadas en estos sectores, por lo que nuevas técnicas de procesamiento como la deformación plástica severa (SPD) son de gran interés debido a que promueven materiales nanoestructurados capaces de satisfacer requerimientos estructurales y funcionales de alto desempeño.

La presente investigación estudia una aleación de aluminio 6060 procesada por distintas técnicas de SPD como: Presión en canal angular constante (ECAP), Presión en doble canal angular constante (DECAP) y Presión en canal angular constante en forma de "T" (TS-ECAP) y el efecto en las propiedades mecánicas con su relación en la microestructura tomando como referencia el material sin procesar. En esta investigación también se realiza una comparación detallada entre las técnicas de deformación antes mencionadas. Se realizó un tratamiento térmico de homogenizado previo al deformado y un tratamiento de envejecido después del procesamiento, las propiedades mecánicas se caracterizaron mediante mapas y promedios de microdureza, además de ensayos de tensión, la microestructura fue analizada extensivamente mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM), así como también análisis térmico mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Los resultados indicaron propiedades mecánicas superiores, que las mostradas por la aleación sin procesar por SPD, también se observó una tendencia a mejorar la relación resistencia-ductilidad en esta aleación con el tratamiento térmico de envejecido después de ser procesado por las técnicas de SPD, resultando ser ECAP la técnica que promovió mejor refinamiento de la microestructura y mejor resistencia mecánica.

# INTRODUCCIÓN

El desarrollo de propiedades mecánicas en materiales nanoestructurados producidos por deformación plástica severa (SPD del acrónimo en inglés Severe Plastic Deformation) y la determinación de los mecanismos de deformación en estos materiales es un campo relativamente nuevo de conocimiento que en los últimos años ha sido de gran interés para la comunidad científica, se ha encontrado que los mecanismos establecidos para materiales policristalinos convencionales no aplican en todos los casos a materiales deformados por SPD presentando propiedades únicas y especiales al ser procesado por estas técnicas.

Investigaciones dentro de las propiedades y producción de materiales nanoestructurados en masa, fue iniciado hace 20 años en Rusia, y ha continuado hasta el presente día (1).

El interés por el procesamiento de materiales con tamaño de grano ultrafino (UFG) utilizando técnicas de SPD ha incrementado significativamente en la última década. El mecanismo de formación de estas microestructuras se basa principalmente en la descomposición de los granos por la acumulación de dislocaciones para después reorganizarlos (poligonización).

Dos métodos han sido desarrollados para sintetizar sólidos nanoestructurados en masa. En el primero la masa sólida del material es ensamblada desde átomos individuales o desde bloques a nanoescala como nanopartículas. En el segundo, materiales de grano grueso son procesados para producir un sustancial refinamiento de grano y por consiguiente una nanoestructura. Este último, el más exitoso, envuelve la aplicación de deformación plástica severa (SPD) (2). De los procesos para nanoestructurar materiales en masa, los métodos efectivos actuales incluyen, síntesis de polvos, fundición amorfa y deformación plástica severa (3).

Dentro de estos métodos, la SPD es el más fácil y con más costo-beneficio como proceso, utilizando una estructura de dado simple (3). Es apropiado definir dos de los términos usados ampliamente dentro del campo: Deformación plástica severa materiales de grano ultrafino y materiales nanoestructurados en masa.

Proceso por SPD: Es cualquier método en el formado de materiales bajo una intensiva presión hidrostática que puede ser usada para imponer una alta deformación sobre una masa sólida sin la introducción de cualquier cambio significativo en las dimensiones globales de la probeta y tienen la habilidad de producir un excepcional refinamiento de grano (4).

Materiales en masa de grano ultrafino (UFG): Materiales que tienen microestructuras equiaxiales y homogéneas con un tamaño de grano promedio menor a 1  $\mu\text{m}$ , con textura de ángulo elevado en la mayoría de los límites de grano (4).

Estos materiales de grano ultrafino se sitúan dentro de los rangos submicrométrico (100-1000 nm) y nanométrico (menor a 100 nm). Los materiales UFG tienen además altos ángulos de desorientación en la mayoría de los límites de grano, estos límites de grano de ángulo elevado, son importantes de manera que se alcancen propiedades mecánicas avanzadas y únicas en comparación con materiales que no son procesados por estas técnicas (4).

Materiales nanoestructurados en masa (BNM por sus siglas en inglés): son definidos formalmente como sólidos que tienen características microestructurales, en la escala de 100 nm cuando menos en una dirección (2). En estos materiales la microestructura es homogénea con la mayoría de límites de grano de elevados ángulos de desorientación (1).

EL procesamiento de aleaciones metálicas por SPD, se refiere a procedimientos experimentales del formado de metal que puede ser usado para imponer muy alta deformación para un refinamiento de grano excepcional en función del número de



pases de extrusión, la alta deformación impuesta sin ningún cambio significativo en las dimensiones globales del material de trabajo procesado.

Los dados de extrusión con geometría especial previenen el flujo libre de material que produce una significativa presión hidrostática, esta presión hidrostática es esencial para alcanzar un alto nivel de deformación e introducir gran densidad de defectos en la red, necesario para el refinamiento de la microestructura (4).

## JUSTIFICACIÓN

Los materiales nanoestructurados producidos por SPD, son 100% densos, libres de contaminación, suficientemente largos para un uso real en aplicaciones estructurales comerciales. Estos materiales tienen alta resistencia, buena ductilidad, superplasticidad superior, un coeficiente de fricción bajo, elevada resistencia al desgaste, mejora en la vida a la fatiga en alto ciclos y resistencia a la corrosión (2). Los materiales nanoestructurados en masa, aparecen en cada sector de productos, donde propiedades mecánicas superiores, en particular, elevada resistencia, buena relación resistencia-peso, y excelente vida a la fatiga son críticas. Análisis de mercados formales, han identificado un amplio rango de aplicaciones potenciales para nanometales en varias industrias incluyendo la aeroespacial, transportación, dispositivos mecánicos, productos deportivos, procesos químicos, electrónicos, de alimentos y sector militar. El procesamiento mediante SPD se excluye de operaciones convencionales de formado, como tensión uniaxial y compresión, extrusión unidireccional, laminado o estampado, aun si estos proceso incluyen la imposición de una deformación moderada severa. Los discos relativamente pequeños usados en un proceso convencional de torsión a alta presión (HPT) es atractivo para productos como nanomagnetos mejorando suaves y duras propiedades magnéticas, arterias y dispositivos para aplicaciones de sistemas micro electromecánicos (4). La combinación de elevada resistencia y elevada ductilidad, fue observada por primera vez en materiales como el cobre y el titanio de grano ultrafino, mas tarde fue demostrado para un rango más amplio de metales y aleaciones procesadas por SPD. Al mismo tiempo, estos estudios revelaron que la combinación única de elevada resistencia y ductilidad, es condicionada por la microestructura característica de los materiales UFG, como el estado de no equilibrio en los límites de grano, la distribución de granos, o la presencia de nanopartículas y segundas fases. Estos resultados son consecuencia de la generación de nuevos mecanismos de deslizamiento del límite de grano a bajas temperaturas en sólidos nanoestructurados, la generación de límites de grano y el maclaje. La deformación plástica severa también

se asocia con el mejoramiento marcado de la resistencia a la fatiga y tenacidad a la fractura en los materiales. Otra extraordinaria propiedad de los materiales con grano ultrafino es la habilidad de exhibir ductilidad superplástica, excepcionalmente a elevadas velocidades de deformación y bajas temperaturas, lo cual es inusual en materiales convencionales. Esta característica provee una oportunidad para el formado súperplástico rápido de partes con formas complejas usadas en la industria de la transportación. Una observación general es que el incremento en área del límite de grano producida por SPD puede dirigir a mejorar varias propiedades cinéticas de materiales metálicos (cinética de precipitación). Se encontró que la cinética del nitrurado por plasma de varios aceros fue acelerado por un pretratamiento hecho por HPT. Fue mostrado que la cinética de absorción y desabsorción del hidrogeno en la aleación del magnesio ZK60, fue acelerada por el procesamiento mediante ECAP y por la combinación de ECAP y Molienda Mecánica de alta energía. Los descubrimientos sugieren nuevos caminos interesantes para aplicaciones mediante SPD apuntando al desarrollo de nuevos materiales funcionales (4). Materiales procesados por SPD resultan en propiedades multifuncionales. Por ejemplo nanoestructuras de aleaciones de TiNi demuestran una extraordinaria combinación de elevadas propiedades mecánicas y funcionales, incluyendo súperplasticidad y efecto de memoria de forma, todo esto en contraste con el convencional tamaño de grano que tiene la aleación TiNi. Los materiales procesados por SPD como Fe-Co, donde no solamente tienen tamaño de grano nanométrico que induce propiedades mecánicas avanzadas, sino también mejores propiedades magnéticas debido a la interacción de momentos magnéticos a través de límites de grano en estos materiales (4).

Los materiales procesados por SPD promueven beneficios en propiedades mecánicas, magnéticas, térmicas como se mencionó. La aleación de Al6060 deformada mediante técnicas de SPD exhibe propiedades mecánicas superiores (dureza, resistencia a la tensión y ductilidad) con una microestructura ultrafina, que la aleación sin deformar, esta aleación es de gran utilidad donde se requieren de materiales más ligeros con alta resistencia y ductilidad.

## OBJETIVO

*“Determinar el cambio en las propiedades mecánicas en la aleación de Al6060 por efecto del procesamiento por deformación plástica severa, comparar entre técnicas de deformación y establecer la relación entre microestructura y propiedades.”*

### Objetivos Particulares:

- Diseñar y fabricar un dado funcional para extrusión y obtener probetas deformadas de un Al6060.
- Obtener una microestructura ultrafina en la aleación de aluminio 6060 procesada por técnicas de SPD.
- Determinar el efecto de diferentes técnicas de deformación plástica severa como: Presión en canal angular constante **(ECAP)**, Doble presión en canal angular constante **(DECAP)** y Presión en canal angular constante en forma de “T” **(TS-ECAP)**, sobre la microestructura y propiedades mecánicas de un Al6060.

## HIPÓTESIS

*“Mediante el procesamiento por deformación plástica severa es posible obtener materiales con tamaño de grano ultrafino, con propiedades mecánicas superiores a las de una aleación de Aluminio 6060 procesada por métodos convencionales.”*

# CAPÍTULO I

## Antecedentes

### 1.1 Aleaciones de aluminio de la serie 6xxx (Al-Mg-Si)

#### 1.1.1 Características generales y aplicaciones estructurales

- **Introducción**

El aluminio tiene un densidad de  $2.70 \text{ g/cm}^3$ , es la tercera parte de la densidad del acero, con un módulo de elasticidad de  $10 \times 10^6 \text{ psi}$ . A pesar de que las aleaciones de aluminio tienen propiedades a la tensión inferiores a las del acero, su resistencia específica (relación resistencia-peso) es excelente. El aluminio se puede conformar con facilidad, tiene una elevada conductividad eléctrica y térmica, a bajas temperaturas no presenta transición de dúctil a frágil. No es tóxico y se puede reciclar mediante sólo el 5 % de la energía que fue necesaria para su fabricación a partir de la alúmina. Las propiedades físicas benéficas del aluminio incluyen un comportamiento no magnético y su resistencia a la oxidación y a la corrosión. Sin embargo, el aluminio no exhibe un límite de resistencia a la fatiga verdadero, por lo que en algún momento, incluso a esfuerzos reducidos, puede ocurrir la falla debido a la fatiga. Debido a su bajo punto de fusión, el aluminio presenta limitantes a altas temperaturas (5).

- **Aleaciones de la serie 6xxx y aplicaciones estructurales**

Las aleaciones de serie 6xxx, son un grupo que contiene magnesio y silicio en proporción que forma  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Estas aleaciones tienen buen balance en resistencia a la corrosión y resistencia mecánica. La aleación 6061 es una de las más populares de todas las aleaciones de aluminio y tiene una resistencia a la fatiga comparable con la de un acero al carbono. Las aleaciones de la serie 6xxx son fácilmente extruidas,

constituyen la mayor producción de aleaciones extruidas y son usadas extensivamente en edificaciones, construcción y muchas otras aplicaciones estructurales (6). (Tabla 1.1) Las figuras 1.1 a 1.5 muestran algunos ejemplos de aplicaciones de aleaciones base aluminio.

Tabla 1.1 Comparación de formas estructurales comunes y grados de aluminio, acero al carbono y acero inoxidable (6).

Property	Aluminum 6061-T6	Carbon steel A36	Stainless steel 304, cold-finished
extrudability (see Section 3.1)	very good	not practical	very limited
weldability	fair, but reduces strength	good, no strength reduction	good
corrosion resistance	good	fair	very good
tensile yield strength	35 ksi	36 to 50 ksi	45 ksi
modulus of elasticity	10,000 ksi	29,000 ksi	27,000 ksi
elongation	8% to 10%	20%	30%
density	0.098 lb/in. <sup>3</sup>	0.283 lb/in. <sup>3</sup>	0.284 lb/in. <sup>3</sup>
fatigue strength (plain metal, 5 million cycles)	10.2 ksi	24 ksi	
relative yield strength- to-weight ratio	2.8	1.0 to 1.4	1.2
cost by weight	\$1.20/lb	\$0.30/lb	\$1.40/lb
cost by volume	\$0.12/in. <sup>3</sup>	\$0.084/in. <sup>3</sup>	\$0.42/in. <sup>3</sup>
cost index (see text)	2.0	1.0	4.7



Fig. 1.1 Estructura de aluminio extruido, soportando paredes de vidrio (6).



Fig. 1.2 Tanque criogénico de doble pared, almacenando gas natural licuado a  $-160^{\circ}\text{C}$ . El interior de los tanques es de aluminio (6).

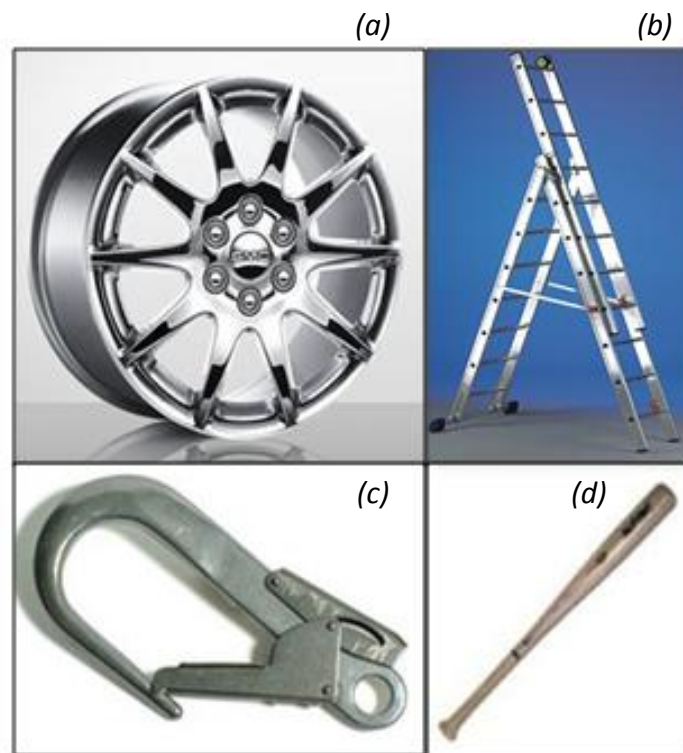


Fig. 1.3 Distintos dispositivos estructurales de aluminio: (a) Ring para automóvil, (b) Escalera, (c) Arnés, (d) Artículo deportivo.



Fig. 1.4 Estructura de aluminio soportando señalamientos sobre el cruce de ferrocarril (6).

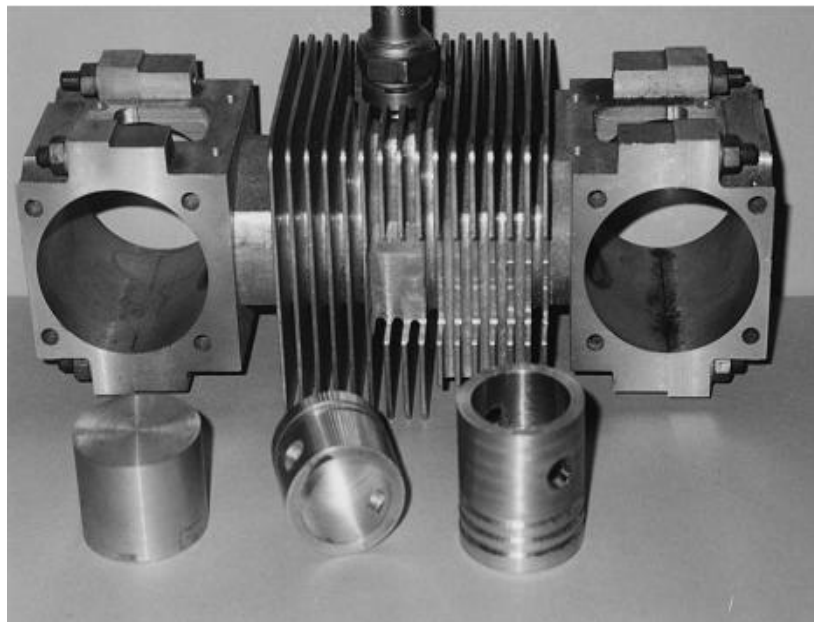


Fig. 1.5 Pistones fabricados de la aleación de aluminio 1420 nanoestructurado (7).



### 1.1.2 Proceso convencional de extrusión en aleaciones de aluminio de la serie 6xxx

La Fig. 1.6 muestra las etapas del proceso para la producción de perfiles extruidos de aluminio, como vigas y tubos. El esquema muestra que después de la colada la aleación de aluminio es homogenizada. Durante este proceso de homogenización los perfiles de aluminio son introducidos en un horno por unas pocas horas a temperatura entre 530 y 600°C. Subsecuentemente los perfiles son enfriados y transportados al proceso de extrusión; los perfiles son recalentados y extruidos. Durante este proceso los perfiles de aluminio son prensados a través de un dado con forma abierta, ver figura 1.6. Como paso final (opcional), los perfiles extruidos son artificialmente endurecidos por envejecido. Entre estas etapas de procesamiento, la homogenización de los perfiles de aluminio Al-Mg-Si, es una de los más importantes, porque promueve cambios significativos en la microestructura de la aleación, conduciendo a una mejora en maquinabilidad del material y mejora en las propiedades finales del producto. Históricamente, el tratamiento térmico de homogenización se añadió muy reciente al ciclo del proceso. Esto fue introducido a la industria alrededor del año 1960 (8).

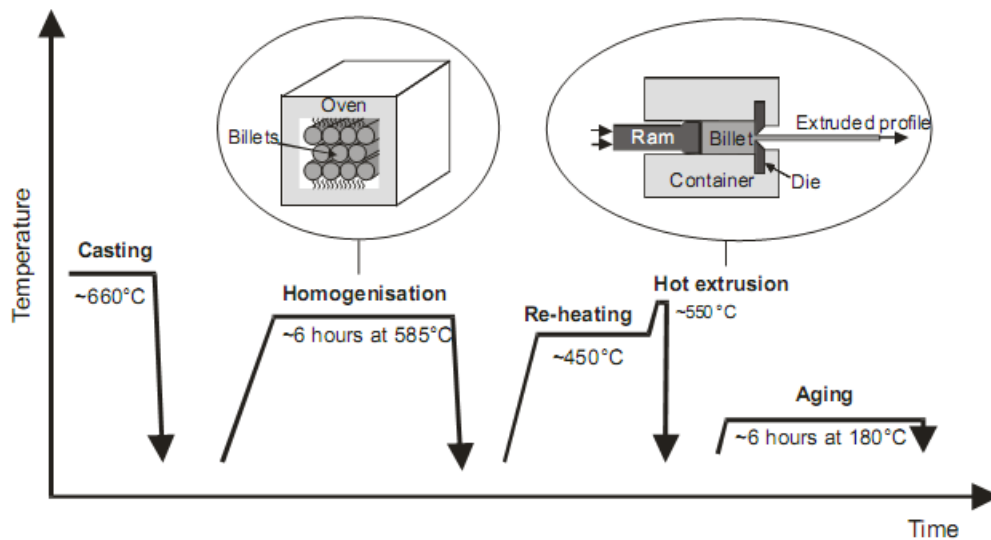


Fig. 1.6 Ruta de temperatura esquemática del calentamiento de aluminio durante la producción de perfiles extruidos (8).

### 1.1.3 Fases presentes en Aluminio de la serie 6xxx

En las aleaciones de aluminio la serie 6xxx también llamadas series de Al-Mg-Si, los elementos principales de la aleación son Mg (0.3-1.2 wt. %) y Si (0.4-1.3 wt.%), lo cual permite la precipitación por envejecido dediente coherencia o semi-coherencia de los precipitados Mg-Si. No obstante además del Mg y Si otros elementos pueden estar presentes como Fe (0-0.8 wt.%) y Mn (0-0.8 wt. %) (8).

El Fe tiene muy baja solubilidad en la matriz de aluminio, casi todo el Fe presente en estas aleaciones de aluminio se enlazaran con el exceso de Si y el abundante Al para formar un porcentaje en volumen de intermetálicos con contenido de Fe. Durante la solidificación, estos intermetálicos se forman en los bordes de las dendritas del aluminio por una reacción eutéctica, la cual explica su forma láminar. Muchos de estos intermetálicos forman las fases  $\beta$ -AlFeSi mientras que una pequeña fracción de esta fase puede ser cubica  $\alpha_c$ -Al(FeMn)Si, la cual es llamada tipo escritura china por su morfología. Estos intermetálicos con contenido de Fe son llamados constituyentes debido a que no se disuelven y permanecen con una fase separada en la matriz de Al aun después de largos tiempo de homogenización, además esta fase puede cambiar en composición y morfología (8).

La tabla 1.2 muestra las características de los intermetálicos predominantes en las aleaciones de aluminio de la serie 6xxx: la fase monoclinica  $\beta$ -AlFeSi, la hexagonal  $\alpha_h$ -AlFeSi y la cúbica  $\alpha_c$ -Al(FeMn)Si. En esta tabla, la fase  $\alpha_c$ , es dividida en tres tipos: la fase  $\alpha_c$  con Fe, una fase  $\alpha_c$  con Fe y Mn, y una fase  $\alpha_c$  con Mn. La estequiometria de cada fase es diferente. Los volúmenes molares de los intermetálicos son aproximadamente los mismos que para el aluminio ( $V_m \cong 10 \text{ cm}^3/\text{mol}$ ), indicando que las distancias atómicas de los intermetálicos son aproximadamente las mismas que para el aluminio. La densidad de las fases intermetálicas es un poco más alta que la de aluminio debido a elementos pesados como el Fe y el Mn (8).

Tabla 1.2 Varianza estructural de las fases metálicas prevalentes en aluminio de la serie 6xxx (8).

Notation	stoichiometry	Bravais lattice/ Space group	Lattice parameters and space group	Density ( $\delta$ ) kg/m <sup>3</sup>
$\beta$	Al <sub>4.5</sub> FeSi [14], Al <sub>5</sub> FeSi [12]	Monoclinic	$a = 6.12 \text{ \AA}$ $b = 6.12 \text{ \AA}$ $c = 41.5 \text{ \AA}$ $\beta = 91^\circ$	3300-3350
$\alpha_6$ ( $\alpha'$ )	Al <sub>6</sub> Fe <sub>2</sub> Si	Hexagonal/ $P6_3$	$a = b = 12.3 \text{ \AA}$ $c = 26.2 \text{ \AA}$	3580
$\alpha_c$	(Fe containing) Al <sub>12</sub> Fe <sub>3</sub> Si [19], Al <sub>12-15</sub> Fe <sub>3</sub> Si <sub>1-2</sub> [23]	Cubic $Im\bar{3}$	$a = 12.56 \text{ \AA}$	3640
	(Fe+Mn containing) Al <sub>12</sub> (FeMn) <sub>3</sub> Si [24], Al <sub>15</sub> (FeMn) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> [12]	Cubic/ $Im\bar{3} \cdot Pm\bar{3}$	$a = 12.56\text{-}12.68 \text{ \AA}$	3640-3630
	(Mn containing) Al <sub>12</sub> Mn <sub>3</sub> Si [24], Al <sub>15</sub> Mn <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> [12], Al <sub>6</sub> Mn <sub>2</sub> Si [22]	Cubic $Pm\bar{3}$	$a = 12.68 \text{ \AA}$	3630

- **Fase monoclinica  $\beta$ :**

La fase  $\beta$ -AlFeSi tiene una estructura cristalina monoclinica. Esta es una fase importante de colada en aleaciones de aluminio de la serie 6xxx, donde esta tiene una morfología tipo láminar con una longitud de 20  $\mu\text{m}$  y un espesor de 0.1-1  $\mu\text{m}$ , la estequiometria aproximada de esta fase es Al<sub>5</sub>FeSi. En contraste con la fase  $\alpha_c$ , el Mn no puede estar presente en la fase  $\beta$  (8).

- **Fase hexagonal  $\alpha_h$ :**

También denotan a esta fase como  $\alpha'$ . La estequiometría de esta fase es aproximadamente  $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$  con concentraciones de Fe en el rango de 30-33 wt. % Fe y concentraciones de Si en el rango de 5-12 wt %. La fase  $\alpha_h$  de las aleaciones de la serie 6xxx con Mn, V o Cr tienen concentraciones de estos elementos menores al 0.01 wt %. Elevadas concentraciones de estos elementos conducen a la estabilización de la fase  $\alpha_c$ , la cual es estructuralmente relacionada con la fase  $\alpha_h$ . Durante la homogenización de aleaciones de colada de alta pureza Al-Fe-Si, se ha encontrado que la fase  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  se transforma a la fase estable  $\alpha_h\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ . La mayoría de las aleaciones tienen pequeñas adiciones de Mn o Cr, esta transformación es raramente observado en la práctica industrial y usualmente la fase  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  se transforma a la fase estable  $\alpha_c\text{-Al}_{12}(\text{FeMn})_3\text{Si}$  (8).

- **Fase cúbica  $\alpha_c$ :**

En aleaciones típicas de extrusión Al-Fe-Si con pequeñas adiciones de V, Cr y/o Mn, son requeridas para formar  $\alpha_c$  durante la homogenización. En este caso, la fase  $\alpha_c$  parece ser termodinámicamente estable, esto se ha observado después de largos tiempos de homogenización. Se ha encontrado que aproximadamente 1.5 wt. % Mn tiene que estar presente en la fase  $\alpha_c$  para estabilizar la fase. En la fase  $\alpha_c$  los átomos de Fe son intercambiables con V, Cr y/o átomos de Mn causando un cambio en el espacio del grupo cristalográfico y una pequeña alteración en el parámetro de red. El contenido de Fe en la fase  $\alpha_c$  tiene aproximadamente la estequiometría  $\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$  y el Mn en la fase  $\alpha_c$  aproximadamente  $\text{Al}_{12}\text{Mn}_3\text{Si}$ . Otras estequiometrías con el contenido de Fe y Mn en la fase  $\alpha_c$  han sido reportadas en literatura, de las cuales algunas se presentan en la tabla 1.2. Como una aproximación de la estequiometría de la fase  $\alpha_c$ , en general está desplegada por  $\text{Al}_{12}(\text{Fe}_x\text{Mn}_{1-x})_3\text{Si}$  (8).

A diferencia de la fase monoclinica  $\beta$ , la fase  $\alpha_c$  no exhibe facetas y tiene una interface difusa con la matriz.

Diferentes intermetálicos de la fase  $\alpha_c$  pueden estar presentes en aleaciones de aluminio de la serie 6xxx: (a) formadas durante la colada, (b) formadas como dispersoides, (c) formadas por la transformación de  $\beta$  a  $\alpha$ . La estructura de los cristales de estos tipos son cúbicos y prominentes diferencias en morfología, tamaño y distribución (8):

- (a) La fase  $\alpha_c$  formada durante la colada: La morfología de estas partículas de  $\alpha_c$ , es frecuentemente llamada morfología de escritura china. Esta morfología es definida y tiene grandes variaciones en longitud y espesor, las partículas tienen un tamaño de 5  $\mu\text{m}$  aproximadamente. La mayoría de las fases  $\alpha_c$  en condición de colada, tienen alta proporción Fe/Mn.
- (b) La fase  $\alpha_c$  como dispersoides: los dispersoides son formados en la matriz de aluminio durante la homogenización. Aleaciones con alto contenido de Mn formaran dispersoides  $\alpha_c$  que tiene tamaños de 50-200 nm, los cuales son uniformemente distribuidos. Los dispersoides comúnmente tienen baja proporción Fe/Mn y la estequiometria es aproximadamente igual a  $\alpha_c$ - $\text{Al}_{12}\text{Mn}_3\text{Si}$ .
- (c) La fase  $\alpha_c$  formada después de la transformación  $\beta$  a  $\alpha$ : Las partículas transformadas  $\alpha_c$  tienen un tamaño aproximado de 1  $\mu\text{m}$  y están presentes como cadenas de partículas de  $\alpha_c$  localizadas en el previo lugar de la partícula original  $\beta$ . Muchas de estas partículas tienen una proporción intermedia Fe/Mn, puesto que el Mn difunde dentro de las partículas de  $\alpha_c$  durante la homogenización.

- **Otras fases:**

En adición a las fases comunes  $\alpha$  y  $\beta$ , otros intermetálicos Al-Fe-Mn-Si en la serie 6xxx han sido descritas en la literatura: Monoclínica  $\beta'$ , romboédrica  $\alpha_R$ , c-centrada ortorrómbica  $\alpha''$ , c-centrada monoclínica  $\alpha_T$ , monoclínica  $\alpha''$  y monoclínica  $\alpha_v$  (8).

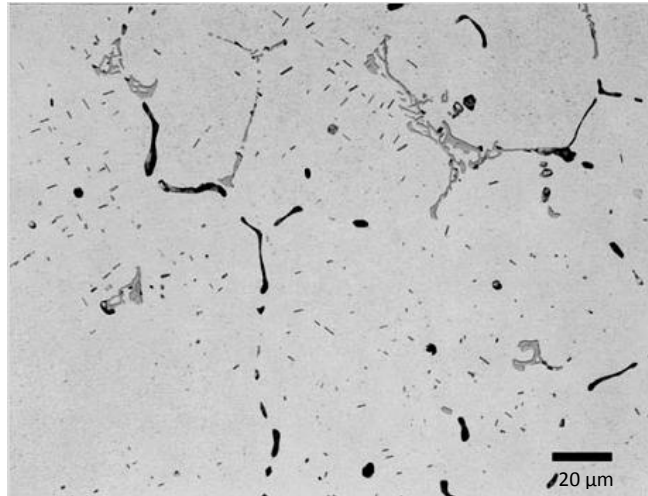


Fig. 1.7 Microestructura de la Aleación de aluminio 6061 en condición de colada, no homogenizada, atacada con 0.5 % HF. Sección tomada del centro del lingote. Precipitados  $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ , segregados en los espacios interdendríticos (grises). La matriz contiene largos precipitados de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (9).

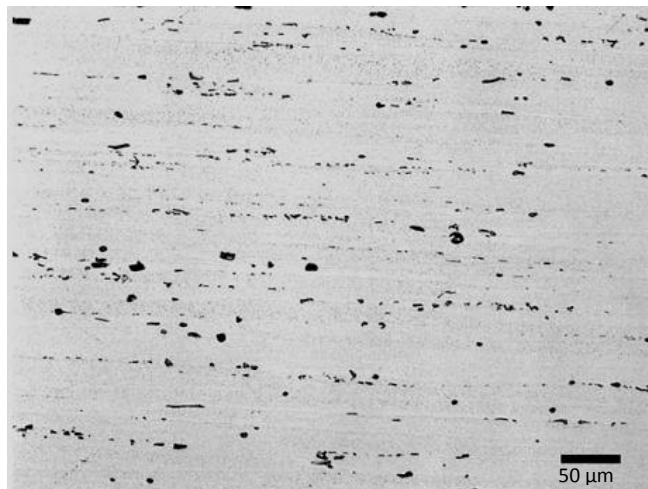


Fig. 1.8 Aleación de aluminio extruida 6061 con tratamiento térmico T6, atacada con reactivo Keller. La microestructura consiste en fases  $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ , largas partículas rodeadas de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  y una fina distribución de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  en la matriz (9).

## 1.2 Métodos para nanoestructurar materiales

### 1.2.1 Metalurgia de polvos

Es una ruta de procesamiento en la cual los polvos metálicos se prensan y sinterizan formando componentes densos y monolíticos. Usando esta técnica se produce una gran variedad de materiales, como carburo de tungsteno-cobalto para herramientas de corte, superaleaciones, etc., Cuando las partículas son más finas, muchos átomos o iones están en la superficie; para ellas no se satisfacen los enlaces atómicos o iónicos. El resultado es que un conjunto de partículas finas de determinada masa tiene mayor energía que cuando forman un material cohesivo y compacto de la misma masa. En consecuencia, la fuerza impulsora del sinterizado de metales y cerámicos en estado sólido es la reducción de la superficie total de las partículas de polvo. Cuando un material pulverizado se compacta en una forma, las partículas de polvo están en contacto mutuo en muchos sitios, y entre ellas hay un espacio apreciable de poros. Para reducir la energía total del material, los átomos se difunden hacia los puntos de contacto y permiten que las partículas se adhieran entre sí, y al final hacen que los poros se contraigan (5). La figura 1.9 muestra el proceso en donde los polvos se vuelven partículas más finas mediante la molienda mecánica.

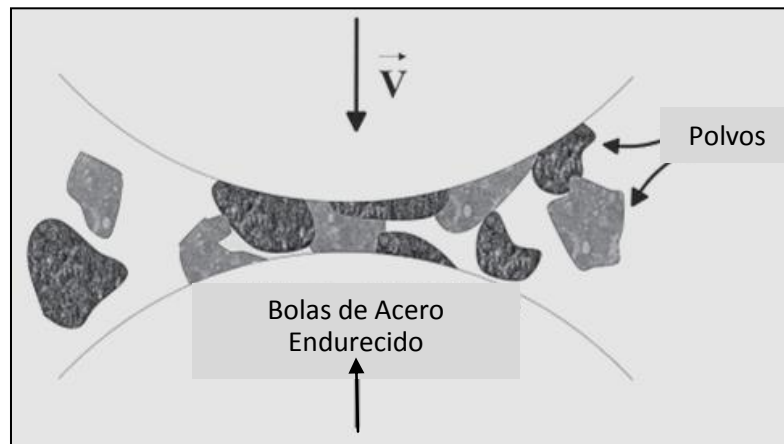


Fig. 1.9 Dibujo esquemático del proceso de molienda de partículas en metalurgia de polvos (10).

### **1.2.2 Deformación plástica severa (SPD) como método alternativo para nanoestructurar aleaciones metálicas en estado sólido.**

Las primeras publicaciones sobre la producción de materiales de grano ultrafino (UFG), por el proceso de deformación plástica severa (SPD) aparecieron en la literatura occidental y en Rusia cerca de 1990, donde se empezó a trabajar con este modo de deformación (4).

La terminología usada era “deformación plástica intensiva”, después el término “deformación plástica severa” apareció en un artículo, describiendo la deformación de la aleación Al-4% Cu-0.5% Zr, usando torsión de alta presión (HPT) (4).

Las muestras producidas por este método, fueron definidas como materiales en masa debido a que tenían 1000 o más granos en cualquier dirección. Una importante consideración fue también la creación de microestructuras homogéneas con grano completamente ultrafino, equiaxiales separados predominantemente por límites de ángulo elevado. Inicialmente, estas estructuras fueron designadas “estructuras de granos submicrométricos” debido a que el tamaño de grano fue típicamente en el orden de unos pocos cientos de nanómetros, pero más tarde estudios de rayos-X, revelaron tamaños en el orden de 40-50 nm asociados con una distorsión localizada en la estructura y subestructura. Esto condujo a la introducción del término “materiales nanoestructurados en masa” (BNM) (4).

Los principios del proceso de SPD, se basan en los experimentos clásicos de Brigrman en los Estados Unidos (1950), en donde presión hidrostática elevada se combina efectivamente con un concurrente deformado en diferentes materiales (4).

Un importante desarrollo adicional fue la invención en 1972 (Segal), del proceso conocido como ECAP (Presión en canal angular constante): el primer reporte en idioma inglés sobre este desarrollo apareció en 1981, sin embargo todos estos estudios fueron primariamente desarrollados con aspectos de ingeniería de deformación plástica severa, y fue sólo mas tarde que empezaron con investigaciones en la universidad



técnica estatal de aviación de Rusia en 1987. La primera contribución de relevancia en el área de SPD fue la publicación de Valiev y colaboradores que apareció en 1988 (1). Una excepcional combinación de alta resistencia y alta ductilidad fue observada primero en cobre y titanio gracias a los trabajos de Valiev (Valiev, 2002) y extendida a algunos otros metales puros y aleaciones (11).

### **1.2.3 Características microestructurales derivadas el procesamiento por SPD**

El promedio en el tamaño de grano en metales puros usando varias técnicas de deformación plástica severa usualmente se colocan en el rango de 150-300 nm, sin embargo, en algunas aleaciones el refinamiento de grano puede ser significativamente mayor. Por ejemplo usando HPT con un intermetálico  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , produce un tamaño de grano de 60 nm, en las aleaciones de  $\text{TiNi}$ , procesadas por HPT conducen a una estructura amorfa. Al mismo tiempo las características estructurales del proceso SPD en metales, son muy complejas y no solamente son caracterizados por la formación de granos ultrafinos si no también, por la presencia de límites de grano en no equilibrio, con una alta densidad de dislocaciones y vacancias extrínsecas, altas distorsiones en la red, y posiblemente, cambios en la composición de la fase local (4).

El origen de estructuras con grano ultrafino producidas por técnicas de deformación plástica severa todavía no es completamente entendido. Mientras que algunos autores lo relacionan con recristalización in-situ, otros toman el origen en la fragmentación de una célula estructural de dislocaciones, en las cuales el tamaño decrece cuando el esfuerzo se incrementa durante el proceso de SPD. La acumulación de la desorientación entre células de dislocaciones vecinas, ocurre en paralelo con el decremento en el tamaño promedio de la célula y conduce a una transformación gradual de la célula estructural (4).

Sin embargo algunos estudios han demostrado que es posible obtener una microestructura con granos que son generalmente más pequeños a 100 nm. Típicamente estos materiales exhiben propiedades mecánicas superiores como por ejemplo, una excelente súperplasticidad, elevada resistencia en combinación con una

bueno ó excelente ductilidad. Las propiedades de estos materiales nanoestructurados son derivadas de su única microestructura con un control en los mecanismos de deformación. Los materiales nanoestructurados que se obtienen por SPD usualmente tienen elevada densidad de dislocaciones, límites de grano en no equilibrio, y otras características estructurales asociadas con la intensa deformación plástica. El proceso de deformación plástica severa refina granos por la introducción de gran cantidad de dislocaciones formando un arreglo por sí mismas en configuraciones de baja energía en límites de grano de ángulo bajo, que posteriormente evoluciona con deformación adicional, en arreglos de granos ultrafinos homogéneos con límites de ángulos altos de desorientación (2).

### 1.2.4 Propiedades que exhiben los materiales (metales), procesados mediante técnicas de SPD

#### ➤ Resistencia y Ductilidad

El tamaño pequeño de los granos y las elevadas densidades de defectos dan a los materiales nanoestructurados elevada resistencia en comparación con los materiales de grano grueso. Por otro lado estas características estructurales también pueden conducir a bajas ductilidades. Los materiales que tienen alta resistencia usualmente exhiben baja ductilidad sin tomar en cuenta que su esfuerzo sea alcanzado a través de composiciones diferentes, procesos termomecánicos, transformaciones de fase, u otros métodos. La resistencia y ductilidad de un número de metales comunes caen dentro del rango de alta resistencia baja ductilidad, como se observa en la siguiente figura 1.10 (2).

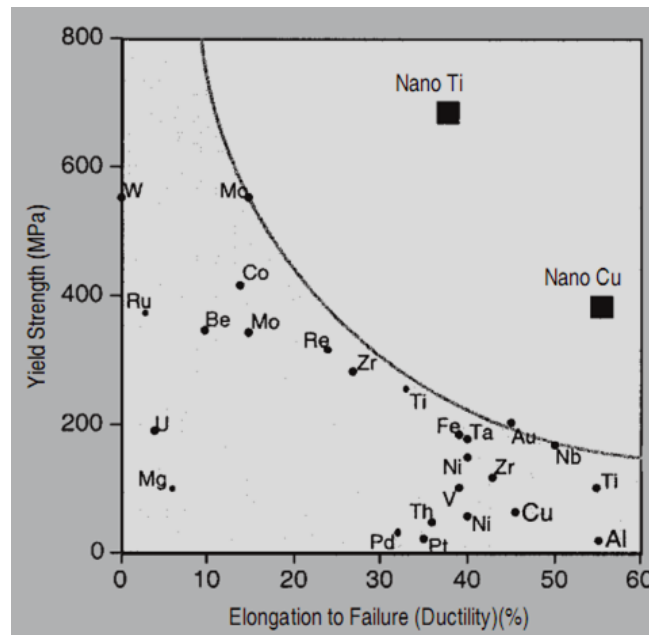


Fig. 1.10 Resistencia y ductilidad de numerosos metales comunes siguiendo la tendencia de alta resistencia acompañada de baja ductilidad. La extraordinaria combinación de resistencia mecánica y alta ductilidad alcanzada en cobre y titanio nanoestructurados procesados por SPD claramente situados en otra parte de los materiales con tamaño de grano grueso (2) (12).

Hay algunos experimentos sobre cobre y titanio con estructuras de grano ultrafino procesadas por deformación plástica severa que demuestran extraordinaria combinación de elevada resistencia y elevada ductilidad. Un ejemplo es del cobre puro procesado por ECAP hasta 16 pases con presión recíproca (back-pressure), este tiene una ductilidad cercana al cobre estándar con grano grueso, mientras que al mismo tiempo el esfuerzo a la cedencia es varias veces mayor. A fin de poder entender estas tendencias, es importante notar que el procesamiento mediante SPD, reduce la ductilidad a una magnitud más pequeña que técnicas de procesamiento convencionales como laminado, trefilado y extrusión (2).

Por consiguiente mejorar la ductilidad de estos materiales es una importante y desafiante tarea.

La ductilidad de los materiales es controlada principalmente por dos parámetros del material (2):

- La velocidad de endurecimiento por trabajo.
- La sensibilidad a la velocidad de deformación (13).

Bajo esfuerzos de tensión, la falla de un material deformado plásticamente es usualmente iniciada por la formación de un cuello macroscópico. La asistencia de una elevada velocidad de endurecimiento por trabajo, en retardar el comienzo de la formación del cuello y consecuentemente mejorar la ductilidad (2).

El proceso mecánico del endurecimiento por trabajo es la acumulación adicional de defectos cristalinos, como dislocaciones, las cuales hacen más difícil la deformación. En los materiales nanoestructurados procesados por SPD, la densidad de dislocaciones está usualmente muy cerca del nivel de saturación, por esta razón tratamientos térmicos cortos a bajas temperaturas puede mejorar la ductilidad de estos materiales sin afectar significativamente su resistencia (2).

Una razón adicional para la baja velocidad del endurecimiento por trabajo, es que las dislocaciones acumuladas en los interiores del grano, cuando el tamaño de grano está

por debajo del valor crítico, estas son emitidas de los límites de grano y desaparecen en los límites de grano sin ninguna acumulación (2).

La saturación en la densidad de dislocaciones está determinada por el equilibrio entre la creación de dislocaciones por deformación plástica, y la pérdida de dislocaciones a través de recuperación dinámica (o aun a través de la recrystalización dinámica si la temperatura de deformación es suficiente). Los materiales nanoestructurados producidos por el procesamiento de SPD deformados a bajas temperaturas, velocidades de deformación elevadas, desarrollan una gran saturación en la densidad de dislocaciones, existe un endurecimiento por trabajo y recuperación parcial, dando consecuentemente una elevada ductilidad. Este efecto se ha observado en cobre, hierro y titanio procesados por SPD, donde altas ductilidades fueron alcanzadas a bajas temperaturas y elevadas velocidades de deformación (2).

Cuando el tamaño de grano de materiales nanoestructurados procesados por SPD llegan a ser muy pequeños (menor a 100 nm), nuevos mecanismos de deformación pueden ser iniciados y juegan un importante papel en el comportamiento mecánico (2).

Simulaciones con dinámica molecular y observaciones experimentales, han revelado que materiales nanoestructurados se deforman por mecanismos no accesibles para sus homólogos con tamaño de grano grueso (2).

La emisión de dislocaciones parciales de los límites de grano llega a ser un mecanismo mejor de deformación cuando el tamaño de grano es menor a 100 nm. Esta emisión dirige también a la formación y deformación de maclas, como es observado experimentalmente en cobre y aluminio nanoestructurado (2).

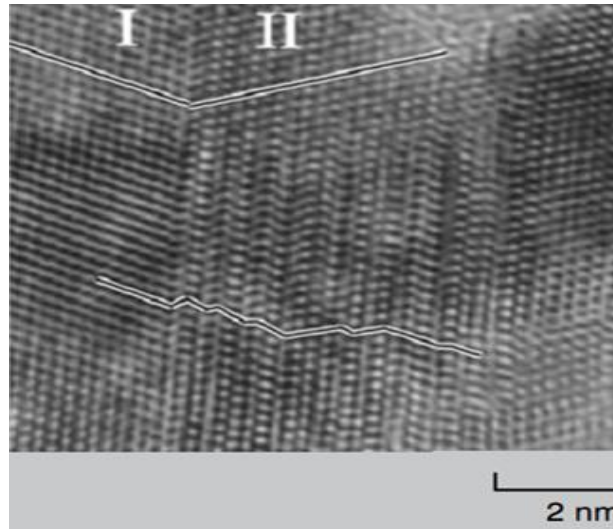


Fig. 1.11 Micrografía de microscopía en transmisión de alta resolución de cobre procesado por torsión a alta presión. Región I y II forman maclas. Fallas de apilamiento mostradas en la región II, fueron generadas por una dislocación parcial emitida de un límite de grano de ángulo bajo al cual se detuvo en el interior de un grano (2).

En adición, materiales nanoestructurados por técnicas de SPD frecuentemente tiene límites de grano de no equilibrio caracterizado por un exceso de dislocaciones no geométricas necesarias, algunas de estas dislocaciones pueden desasociarse dentro de pares parciales de Shockley que podrían moverse fuera de los límites de grano bajo la acción de un esfuerzo (2).

Varios metales y aleaciones han sido procesados por SPD para aplicaciones estructurales incluyendo titanio, aleaciones de titanio, aleaciones de aluminio y acero. Titanio comercialmente puro procesado por ECAP mas laminado en frio, tiene un esfuerzo de cedencia de 940 MPa y un esfuerzo ultimo a la tensión de 1040 MPa mientras que retiene una buena ductilidad de 12.5%. En comparación del titanio con tamaño de grano grueso el cual tiene un esfuerzo de cedencia de 380 MPa y un último esfuerzo a la tensión de 460 MPa. La elevada resistencia y buena ductilidad del titanio nanoestructuado crea un material de atracción especial para muchas aplicaciones incluyendo dispositivos e implantes médicos (2).

La elevada resistencia de las aleaciones nanoestructuradas de aluminio, las coloca con potencial considerable para aplicaciones en la industria automotriz. Estudios recientes en aleaciones de aluminio series (1100, 2024, 3004, 5083, 6061 y 7075) han demostrando que procesándolas por medio de ECAP pueden incrementar la resistencia de estas aleaciones en proporción de 135% al 430% dependiendo de la aleación. La aleación de aluminio 1100 tiene un bajo contenido de aleación y una resistencia a la cedencia de solamente 36 MPa en tamaño de grano grueso pero es incrementado hasta un 400% (190 MPa) después de ECAP. En comparación con la aleación 7075 que tiene una resistencia a la cedencia de 200 MPa en tamaño de grano grueso y 470 MPa después de ser procesada por ECAP, el cual es *efectivo en mejorar la resistencia de aleación con un bajo elemento de aleación y con una baja resistencia en su estado de estructura de grano grueso*. Todas estas aleaciones exhiben buenas ductilidades de un 10-25% después de ECAP (14).

El grano grueso del Cu con un tamaño de 30  $\mu\text{m}$ , tiene un comportamiento típico (figura 1.12, curva 1) asociado con un bajo límite elástico, un considerable endurecimiento por trabajo en frío y una buena elongación. Con el laminado en frío la resistencia mecánica del Cu se incrementa significativamente pero su plasticidad cae considerablemente (Fig. 1.12, curva 2). Esta tendencia aparentemente continúa, cuando el Cu es sometido a dos pases de ECAP, la situación cambia completamente para el Cu sometido a 16 pases por dicha técnica (Fig. 1.12, curva 4), se observa un incremento en la resistencia del Cu y también un notable incremento en la plasticidad. Todas las pruebas fueron desarrolladas a temperatura ambiente. El Ti sometido a deformación plástica severa por torsión en un pase en HPT (cuando la deformación logarítmica verdadera esta cerca a la unidad), seguida por una deformación de tensión a 250°C, se presento endurecimiento, sin embargo en este caso, la plasticidad disminuyo (figura 1.12, curva 6) cuando se compara el estado cristalino inicial con un tamaño promedio de 20  $\mu\text{m}$  (figura 1.12, curva 5), en 5 pases, permite el logro de una resistencia muy amplia del Ti (figura 1.12, curva 7), con una resistencia a la tensión alrededor de 1000 MPa, mostrando también un incremento en su plasticidad.

El compuesto intermetálico  $\text{Ni}_3\text{Al}$  con un tamaño de grano de  $5\text{ }\mu\text{m}$ , obtenido por extrusión en caliente (figura 1.12, curva 8) al ser procesada esta aleación por torsión a alta presión se incrementó la resistencia, pero la plasticidad permanece similar (figura 1.12, curva 9). Después de 5 pases por HPT, el material presenta una alta resistencia y una alta plasticidad con una elongación a la falla del 300%, ver figura 1.12, curva 10 (14).

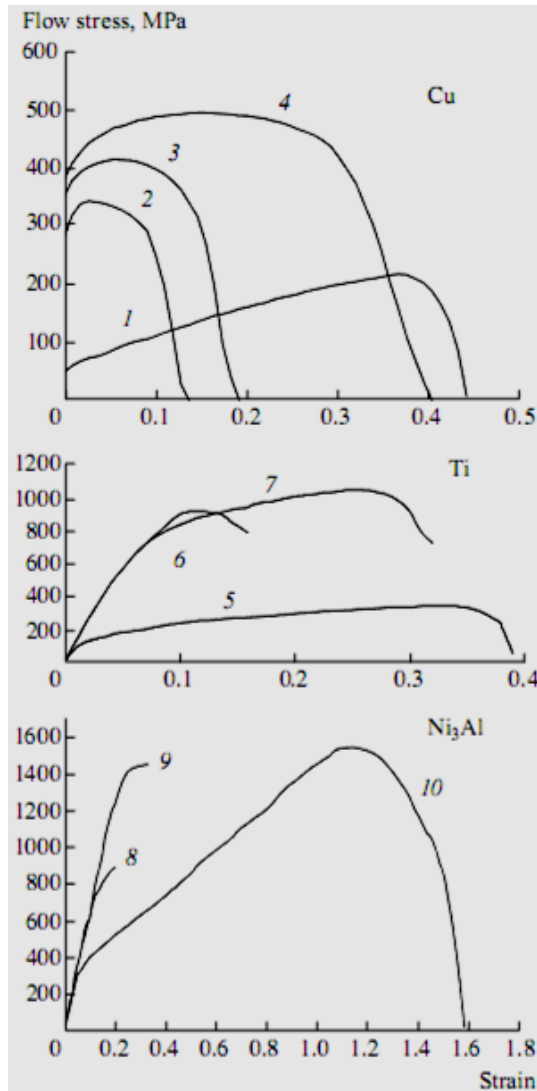


Fig. 1.12 Curvas esfuerzo deformación verdadera de Cu, Ti y  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , bajo investigación por técnicas de SPD (14).



Hay que notar que las propiedades mecánicas alcanzadas dependerán de tanto los parámetros de ECAP como también el tiempo y temperatura del subsecuente tratamiento térmico (15).

- **Superplasticidad**

Superplasticidad es un proceso de flujo en el cual materiales policristalinos exhiben elevadas elongaciones y esencialmente libre de la formación del cuello antes de llegar a la falla. Este tipo de flujo destaca la característica de la industria en el formado superplástico en el cual componentes complejos (aeroespacial, arquitectura, industrias del deporte) tienen múltiples caras curvadas que son formadas de metales superplásticos en forma de hojas. Los requerimientos para alcanzar el formado superplástico son granos de tamaño pequeño, menor a  $10\ \mu\text{m}$  y altas temperaturas de formado por encima de  $0.5\ T_m$ , donde  $T_m$  es el punto de fusión absoluto del material (2).

Está bien establecido que las velocidades de flujo dentro los regímenes de la deformación superplástica varía inversamente con el crecimiento del tamaño de grano, un decremento en el tamaño de grano conducirá en un incremento óptimo de la velocidad de formado superplástico de aproximadamente dos órdenes de magnitud. De este modo una reducción en el tamaño de grano de  $2\ \mu\text{m}$  a  $200\ \text{nm}$  reducirá el tiempo total de formado de 20-30 min a 20-30 s. El decremento en el tamaño de grano conducirá a la llegada de una capacidad de formado superplástico a bajas temperaturas que aquellos asociados con flujo superplástico convencional. Esta reducción en temperatura de operación es una característica atractiva para la industria del formado superplástico debido a los problemas con el desgaste en herramientas (2).

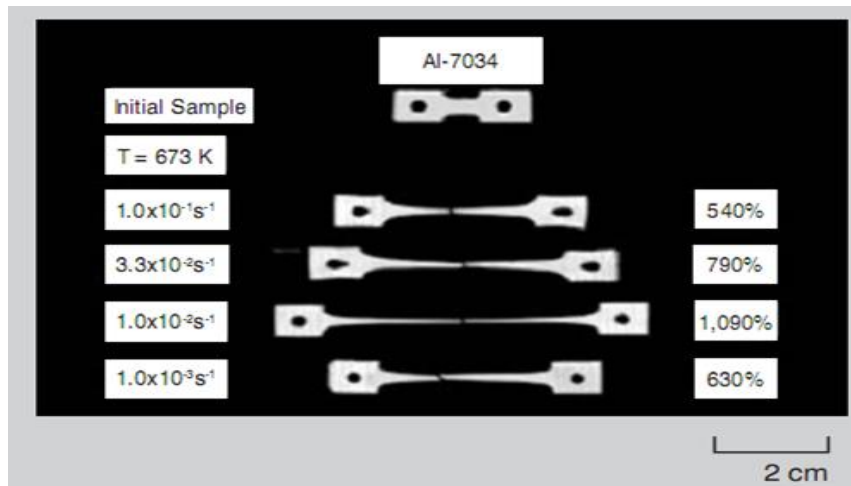


Fig. 1.13 Ejemplos de flujo superplástico en aleación de aluminio 7034 procesado por ECAP (2) (16).

Hay reportes de elongaciones en tensión, mayor al 2000 % a una velocidad de deformación de  $1s^{-1}$  en aleaciones Zn-Al, y el acontecimiento de superplasticidad a temperaturas homologas bajas como  $0.36 T_m$  para un Ni electrodepositado. La evidencia de algunos experimentos preliminares sugiriendo que una pre hidratación o un pre fundido en los límites de grano puede jugar un rol significativo en adquirir una elevada velocidad de deformación en superplasticidad (2).

- **Resistencia a la fatiga**

Es otra propiedad mecánica importante pero los estudios reportados actualmente son muy limitados. Preliminarmente las investigaciones sugieren que muchos metales procesados por SPD tiene una mejora en vida a la fatiga en ciclos elevados, pero una corta vida en ciclos de fatiga bajos. Estas observaciones pueden ser explicadas debido la vida a la fatiga de ciclo alto correlaciona fuertemente con resistencia, mientras que la vida a la fatiga en ciclos bajos correlaciona fuertemente con la ductilidad que como ya está documentado, metales nanoestructurados usualmente tienen elevada resistencia y baja ductilidad que sus homólogos con tamaño de grano grueso.

Un moderado tratamiento térmico de envejecido después del procesamiento mediante SPD puede mejorar la ductilidad sin reducir significativamente la resistencia y así mejorar la vida a la fatiga en bajo ciclo. En adición, materiales nanoestructurados tienen coeficientes de fricción muy bajos (2).

- **Estabilidad térmica**

Los materiales nanoestructurados tienen configuraciones de alta energía que puede producir inestabilidad térmica. En la práctica, no obstante, que muchos metales nanoestructurados exhiben relativamente buena estabilidad térmica. Por ejemplo, experimentos muestran que procesamiento mediante HPT en cobre puro 99.99% reteniendo granos más pequeños que 10 nm aun a temperatura ambiente.

Otro ejemplo el titanio nanoestructurado comercialmente puro procesado por ECAP y laminación en frío donde ha mostrado que no hay un decremento importante en la resistencia cuando hay un recocido a temperaturas por debajo de 673 K. Esta estabilidad térmica demuestra que el titanio puro nanoestructurado puede ser utilizado exitosamente por muchas aplicaciones potenciales incluyendo el uso en implantes médicos. Se ha mostrado que un recocido a bajas temperaturas es benéfico en estos materiales debido a que significativamente mejora la ductilidad sin afectar marcadamente la resistencia mecánica (2).

### 1.2.5 Métodos de deformación plástica severa

- **Introducción**

Diversas técnicas para la deformación plástica severa están disponibles, los principales métodos establecidos para la fabricación de materiales de grano ultrafino son (4) (17):

- Presión en canal angular constante (ECAP), o también conocido como Extrusión en canal angular constante (ECAE), (3).
- Torsión de alta presión (HPT)
- Extrusión torsional (TE)
- Forja multidireccional (MDF) o Forja multiaxial (MAF)
- Unión por laminación acumulada (ARB)
- Extrusión y compresión cíclica (CEC)
- Doblado y enderezado repetitivo (RCS)

Todos estos métodos de deformación proporcionan una deformación efectiva alrededor de 1 mm/mm (4) (17). Hay muchos factores los cuales afectan el flujo del material, la distorsión y la distribución de la deformación, estos factores como la fricción, el tipo de material, los canales de extrusión, la velocidad de deformación y fenómenos térmicos (3).

Los procesos a temperatura ambiente permiten un mejor control en la precipitación dando un efecto de endurecimiento más pronunciado comparado con la precipitación dinámica que tiene lugar a elevadas temperaturas que frecuentemente usadas para prevenir la fractura (15). ECAP es una de las técnicas más desarrolladas con un gran potencial para la incorporación de aplicaciones industriales futuras. Otra técnica de SPD, la cual tiene la capacidad de producir el tamaño de grano más fino menor a 30nm y frecuentemente es utilizado para producir pequeñas muestras en forma de disco, es HTP y fundamentalmente es empleada para estudiar materiales nanoestructurados (2).

➤ **PRESIÓN EN CANAL ANGULAR CONSTANTE (ECAP)**

ECAP es la técnica de deformación plástica severa más desarrollada actualmente. El material es presionado a través de un dado, dentro un canal el cual es doblado a un ángulo abrupto. La deformación angular es introducida cuando el material sólido pasa a través del punto de intersección de las dos partes del canal (figura 1.14). Como las dimensiones de la sección transversal del material permanecen sin cambio, el proceso puede ser repetido para lograr una excepcional deformación. La deformación equivalente introducida por ECAP es determinada por la relación integrada del ángulo entre las dos partes del canal ( $\Phi$ ) y el ángulo representado por el arco externo de curvatura cuando las dos partes del canal intersectan ( $\Psi$ ), en figura 1.14 este ángulo es 0, debido a que el canal no presenta radio de curvatura. La relación está dada por (4):

$$\varepsilon = (N/\sqrt{3})[2\cot\{(\Phi/2) + (\Psi/2)\} + \Psi \operatorname{cosec}\{(\Phi/2) + (\Psi/2)\}] \dots\dots\dots 1$$

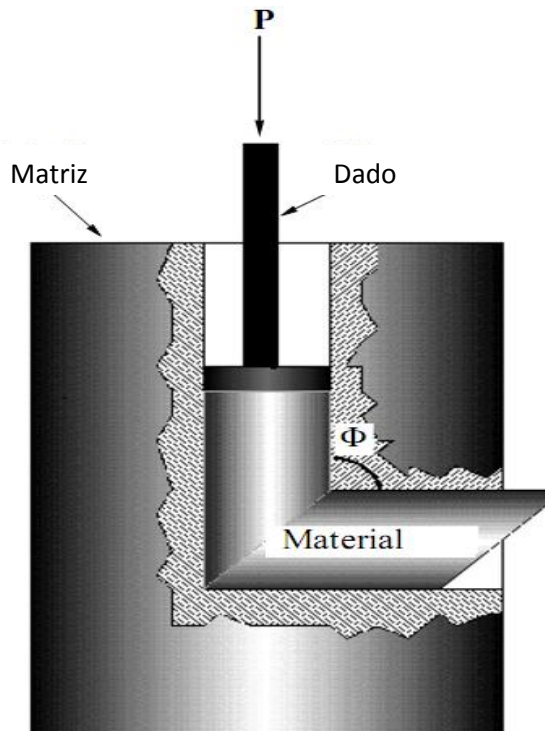


Fig. 1.14 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento presión en canal angular constante (4).

Donde  $N$  es el número de pases a través del dado durante un proceso repetitivo, la deformación es acumulada en el material, dando origen finalmente a una estructura de grano ultrafino (UFG) (4). La ecuación 1 permite calcular la deformación en cualquier combinación de estos dos ángulos, pero en una primera aproximación, una deformación de 1 es introducida en cada pase a través de los dados cuando  $\Phi = 90^\circ$ , este valor es relativamente independiente del valor preciso de  $\psi$  (18). La relación analítica desarrollada para estimar la deformación ha sido confirmada en modelos experimentales y sobre aluminio puro usando marcadores internos. Los experimentos revelan la posibilidad de desviaciones del comportamiento en los bordes de la muestra debido a los efectos de fricción entre la muestra y las paredes del dado. El uso repetitivo en el procesamiento de ECAP provee una oportunidad para desarrollar diferentes microestructuras mediante la rotación del material entre pases consecutivos a fin cambiar los sistemas de deslizamiento activados en cada pase de prensado (18).

En la práctica, diferentes sistemas de deslizamiento pueden ser introducidos rotando el material en su eje longitudinal entre cada pase. Existen cuatro rutas básicas de procesamiento (4): (Fig. 1.15)

- Sin rotación de la barra, ruta A.
- Rotaciones de  $90^\circ$  con la misma dirección entre cada pase, ruta B<sub>A</sub>.
- Rotaciones de  $90^\circ$  alternadas entre cada pase, ruta B<sub>C</sub>.
- Rotaciones de  $180^\circ$  en la ruta C.

Cuando se use el dado con el ángulo del canal ( $\Phi$ ) a  $90^\circ$ , la ruta B<sub>C</sub>, es generalmente la manera más rápida para desarrollar microestructuras de grano ultrafino, que consisten en granos homogéneos, equiaxiales y límites de grano de ángulo elevado. (Fig. 1.16)

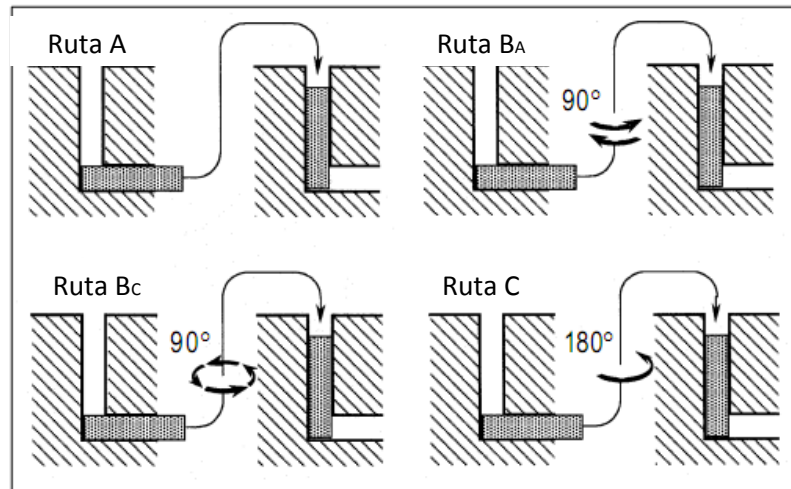


Fig. 1.15 Las cuatro rutas de procesamiento para ECAP. (18) (19) (20)

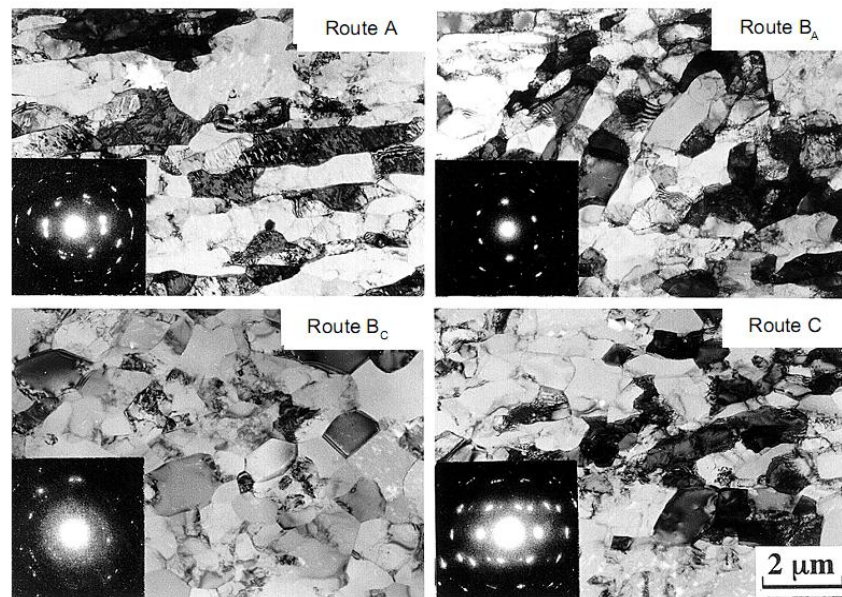


Fig. 1.16 Microestructura de aluminio puro después de 4 pases procesada por ECAP usando rutas de procesamiento A, Ba, Bc y C. (12) (18)

La microestructura introducida por ECAP, depende de un número de factores experimentales, incluyendo la naturaleza de los sistemas de deslizamiento durante la operación de prensado y el total de la deformación impuesta en el material. Una gran cantidad de deformación es impuesta sobre la muestra en el plano transversal de corte dentro del canal, y por último la muestra emerge del dado sin cambio en sus dimensiones de sección transversal. La técnica también provee la oportunidad de presionar la misma muestra repetidamente a través del dado para alcanzar una elevada deformación total. En la práctica ECAP es un método de procesamiento atractivo para escalar la técnica en aplicaciones industriales. Las características del cizallamiento por estas rutas de procesamiento han sido analizadas en planos ortogonales (X, Y, y Z) dentro de una muestra donde "X" es plano perpendicular a la dirección del prensado y además, perpendicular al eje longitudinal de la muestra, y los planos "Y" y "Z" son paralelos tanto al lado de la cara como a la cara superior de la muestra en el punto a la salida del dado, respectivamente. No hay cambio en la configuración del grano en el plano Z en las rutas A y C; mientras que la configuración del grano cambia en los tres planos en rutas B<sub>A</sub> y B<sub>C</sub>, en las rutas A y B<sub>A</sub> conducen a un aumento en la distorsión cuando se incrementa la deformación. Se ha reportado que los granos después de cuatro pases en ruta B<sub>C</sub> son esencialmente equiaxiales, y la microestructura es homogénea; mientras que, los granos tienen a ser alargados cuando se procesan utilizando las otras tres rutas. Todas estas observaciones confirman que la ruta B<sub>C</sub>, representa el proceso óptimo para lograr más rápidamente una microestructura homogénea y equidimensional (18).



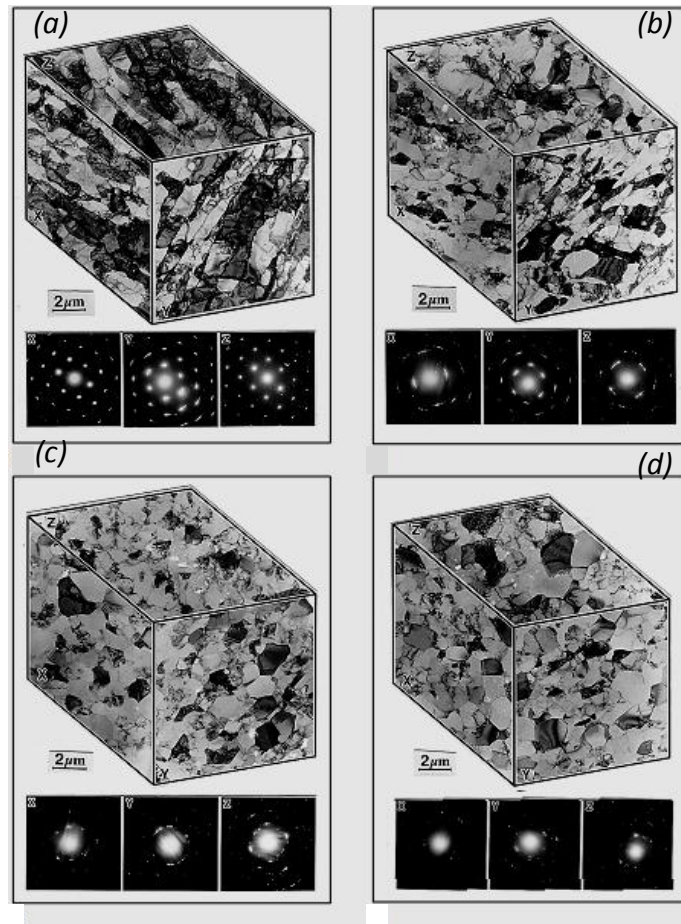


Fig. 1.17 Microestructura en aluminio puro después de ECAP, usando ruta de procesamiento Bc. (a) un pase con deformación efectiva de 1, (b) dos pases con deformación efectiva de 2, (c) tres pases con deformación efectiva de 3 y (d) cuatro pases con deformación efectiva de 4 (18).

La microestructura después de un solo pase en la Fig. 1.17(a) a través del dado, divide los granos grandes en arreglos de subgranos que son bien delineados, en donde basados en los patrones SAED (Difracción de electrones en área seleccionada), los límites de grano tienen bajos ángulos de desorientación. Estos subgranos son alargados y yacen en estructuras agrupadas, con las bandas de subgranos orientadas esencialmente paralelas a las superficies superior e inferior del espécimen visto en el plano X, cerca de la dirección de la cizalladura a  $45^\circ$ . En un segundo pase a través del dado, siguiendo la rotación de  $90^\circ$  entre pases conduce a una microestructura en la Fig. 1.17 (b), donde la estructura de subgranos se ha modificado en arreglos de granos ultrafinos. Inspecciones de patrones de SAED muestran que hay un esparcimiento de la difracción del haz, así que, la desorientación a través de los límites de grano se ha

incrementado con el aumento de la deformación. Para el tercer pase, corresponde una deformación de 3, no hay mucha evidencia de la formación inicial de bandas de subgranos. En cambio, la microestructura consiste esencialmente en arreglos de granos equiaxiales, algunos granos tienen altos ángulos de desorientación. En el cuarto pase con un total de 4, hay arreglos de granos equiaxiales lo cual es visible en los tres planos ortogonales de las secciones. No hay evidencia de la formación cercana de bandas de subgranos y los límites de granos contienen un ángulo elevado de desorientación, tendiendo un promedio de  $1.3 \mu\text{m}$  (18). Han existido modificaciones sobre el ECAP convencional, que son diseñados para producir un refinamiento de grano más eficiente incluyendo la incorporación de otro esfuerzo, resultando como una restricción al flujo natural del material (back-pressure) (4) (21). Durante la última década, la técnica de ECAP se ha desarrollado y actualmente es considerado como la tecnología más prometedora para lograr microestructuras homogéneas con tamaño de grano ultrafino en materiales metálicos en masa (15). La Fig. 1.18 presenta distintos radios de curvatura en la intersección del canal, el escenario "C" se observa una mayor carga debido a la dificultad del flujo de material por el cambio abrupto de canal y por consecuencia genera mayor deformación en la muestra (3).

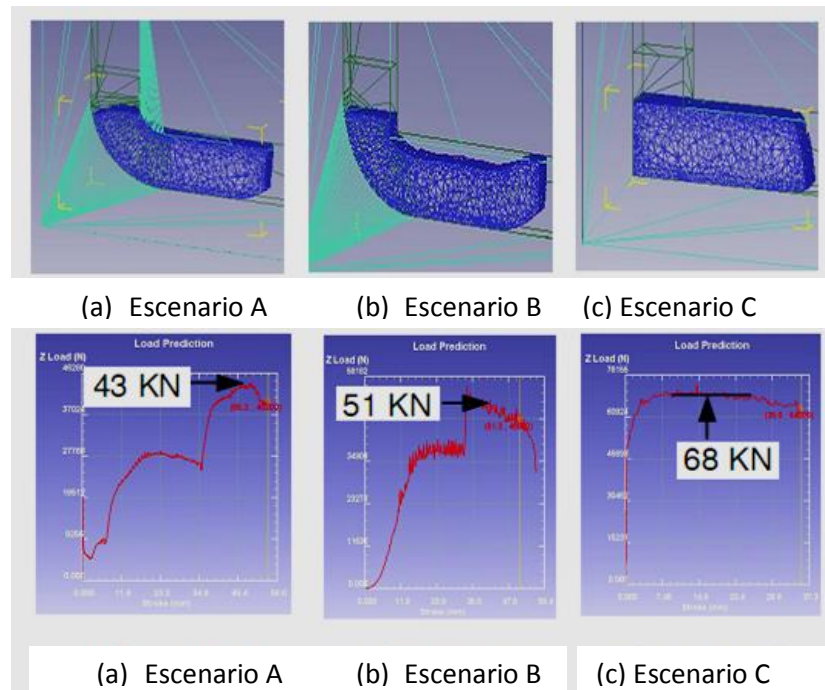


Fig. 1.18 Influencia de los radios de curvatura en la técnica de procesamiento ECAP (3).

- **TORSIÓN A ALTA PRESIÓN (HPT)**

Torsión a alta presión se refiere al procedimiento en el cual la muestra, generalmente en forma de un disco delgado, es sometida a deformación de torsión, bajo una presión hidrostática. El disco es localizado dentro de una cavidad a una presión hidrostática aplicada, la deformación de torsión plástica es alcanzada por la rotación del sistema. De tal manera que se alcanzan presiones tal altas como 2 GPa, es generalmente preferible, usar una geometría modificada con las cavidades colocadas en cada uno de los dos soportes, como se muestra en la Fig. 1.19. Si no hay flujo de material hacia el exterior, el grosor del disco permanece constante y la deformación verdadera de torsión ( $\gamma$ ) está dada por:

$$\gamma = (r/h) \phi \dots\dots\dots 2$$

Donde  $r$ , es la distancia desde el centro del disco,  $\phi$  es el ángulo de torsión en radianes, y  $h$ , es el grosor de la muestra. Una relación alternativa si algo de material sale de entre los dos yunques que corresponda a una reducción en el valor de  $h$ .

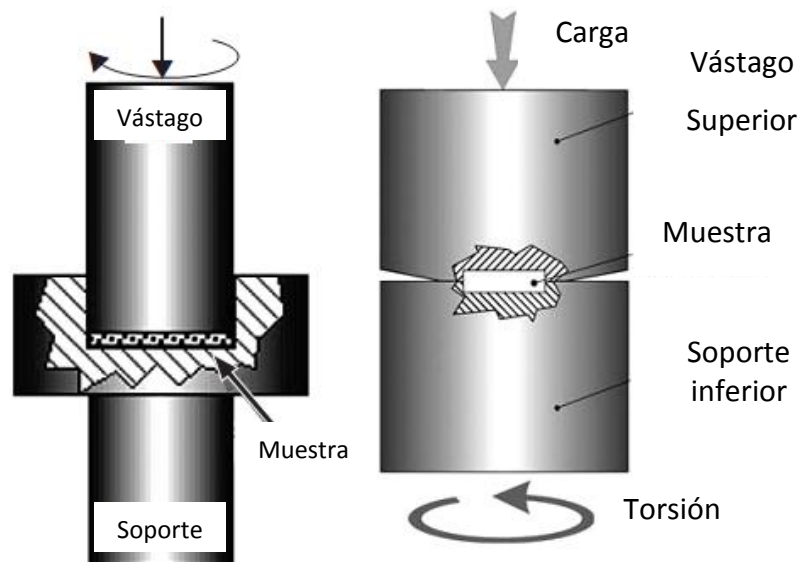


Fig. 1.19 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento torsión a alta presión (4).

- **UNIÓN POR LAMINACIÓN ACUMULADA (ARB)**

La técnica de unión por laminación acumulada crea el uso de un complejo laminado convencional. Una hoja es laminada a fin de que grosor sea reducido de uno a la mitad del grosor en una condición de pre laminado. La hoja laminada es cortada en dos partes para ser apiladas. Para alcanzar una buena unión durante la operación de laminado, las dos caras en contacto son desengrasadas y cepilladas con alambre antes de colocarlas en contacto y las hojas apiladas son laminadas otra vez hasta la mitad de su grosor. Así una serie de operaciones como: laminado, cortado, cepillado, y apilado son repetidas hasta que finalmente una larga deformación es acumulada en la hoja.

Es posible calentar la hoja cuando sea laminada a una temperatura donde no hay recrystalización. Para el proceso ARB, la deformación equivalente después de N ciclos esta dado por (4).

$$\epsilon_N = 0.80N \dots\dots\dots 3$$

En la práctica la estructura UFG producida por ARB, no es tri-dimensionalmente equiaxial pero más bien hay un panqueque con estructura el cual es estirado en la dirección lateral. Esta característica microestructural es la misma sin tomar en cuenta los tipos de metales y aleaciones. El proceso de unión por laminación acumulada puede ser aplicada para la producción de compositos metal-matriz por el revestimiento de mezclado de polvos y sometiendo el composito a al proceso de unión por laminado (4).

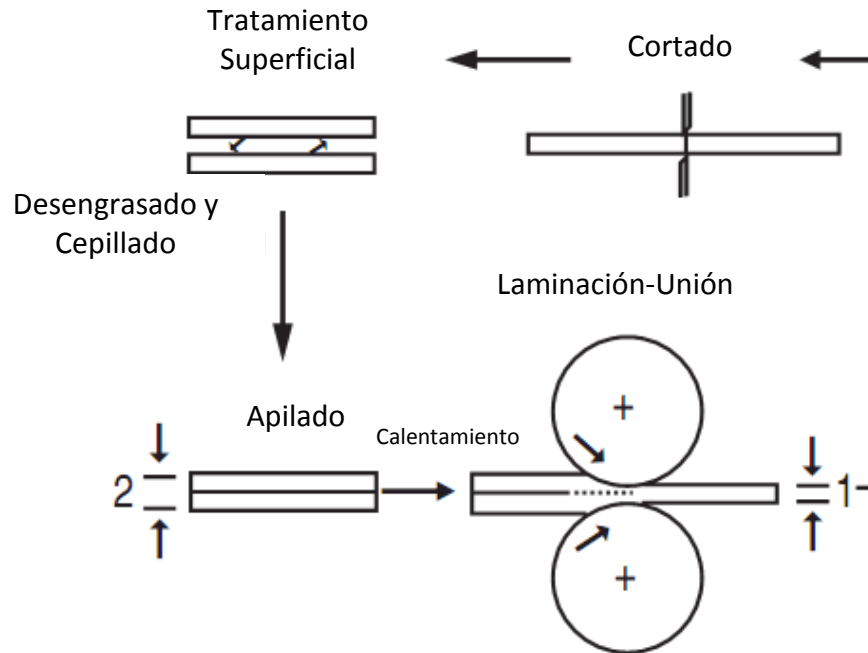


Fig. 1.20 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento unión por laminación acumulada (4).

- **FORJA MULTIDIRECCIONAL (MDF)**

La forja multidireccional, fue aplicada por primera vez en la primera mitad del año 1990 para la formación de estructuras UFG en barras de materiales sólidos. El proceso de MDF esta usualmente asociado con recristalización dinámica particularmente en metales y aleaciones. El principio de MDF, asume múltiples repeticiones de operaciones en forja libre incluyendo colocación y tracción con cambios en los ejes de la carga aplicada. La homogeneidad en la deformación producida por MDF, es baja en comparación con ECAP y HPT. De cualquier forma el método puede ser usado para obtener un estado nanoestructurado preferiblemente en materiales frágiles, debido a que el proceso empieza a elevadas temperaturas y cargas específicas sobre un mecanizado relativamente bajo. La opción de un apropiado rango de temperatura-deformación, en regímenes de deformación conduce a un deseado refinamiento de grano. La operación es usualmente realizada sobre el intervalo de temperatura  $0.1-0.5 T_m$ , donde  $T_m$  es la temperatura absoluta del punto de fusión, y es muy útil para producir largas barras de material sólido con estructura nano cristalina (4).

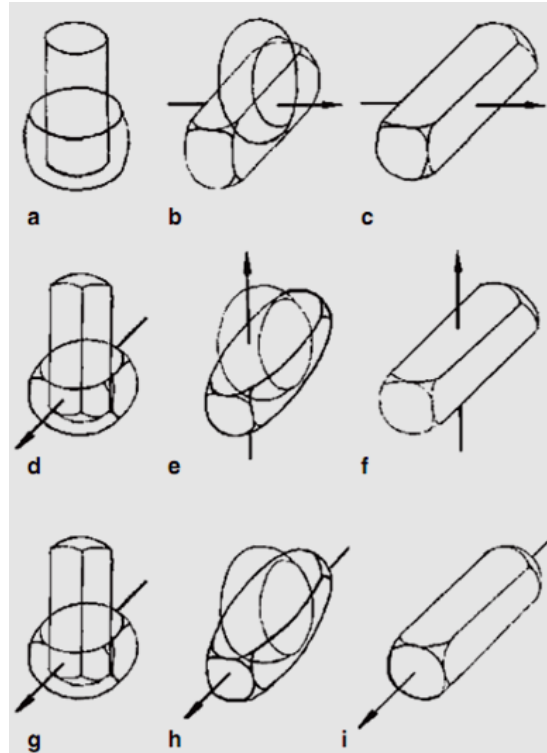


Fig. 1.21 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento forja multiaxial (4).

- **COMPRESIÓN Y EXTRUSIÓN CÍCLICA (CEC)**

Compresión y extrusión cíclica también llamado algunas veces “reloj de arena opresor”, se desarrolla presionando el material en una cámara cilíndrica de diámetro  $d_0$  hacia otra con las mismas dimensiones a través del dado con diámetro  $d_m$  el cual es más pequeño que “ $d_0$ ”. De esta manera el proceso induce extrusión y las cámaras proveen compresión, a fin de que durante un ciclo el material sea presionando para experimentar compresión, luego extrusión, y finalmente compresión. (4).

La deformación verdadera producida en un ciclo es calculada como:

$$\Delta \epsilon = 4 \ln(d_0/d_m) \dots \dots \dots 4$$

En el segundo ciclo, la dirección de la extrusión invertida, dirigiendo la misma secuencia en los modos de deformación. El proceso puede ser repetido N número de veces presionando la muestra de regreso (proceso revertido) y nuevamente hacia adelante,

para dar una deformación verdadera acumulada ( $N\Delta\epsilon$ ). Con una relación típica  $d_m/d_o=0.9$ , la deformación impuesta sobre el material en un ciclo es  $\Delta\epsilon \approx 0.4$ . Se ha reportado una deformación verdadera arriba de 90, en un espécimen de 25 mm en longitud y 10 mm en diámetro. La velocidad de deformación baja 0.2 mm/s a fin de limitar el calentamiento de la muestra (menor a 5 kelvin). A pesar de las deformaciones que se alcanzan con este método son más grandes que cualquier técnica unidireccional de SPD, la microestructura y las propiedades mecánicas son similares debido a la aniquilación de dislocaciones ocasionada por el carácter cíclico del deformado (4).

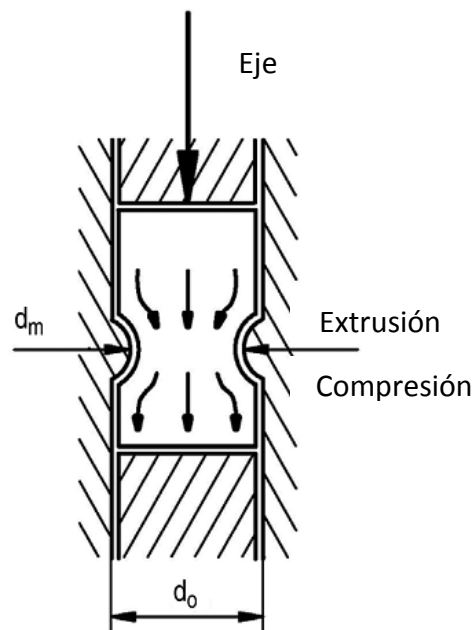


Fig. 1.22 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento compresión y extrusión cíclica (4).

- **DOBLADO Y ENDEREZADO REPETITIVO (RCS)**

En el proceso repetitivo de dos pasos, la pieza de trabajo inicialmente deformada a una forma doblado y luego enderezada entre dos platinas planas usando un proceso cíclico que puede ser repetido muchas veces. El RCS somete a la pieza de trabajo a un doblado y un cizallado, el cual promueve el refinamiento de grano. RCS fue usado para producir nanoestructuras un una muestra de cobre con un promedio en el tamaño de grano inicial de 760  $\mu\text{m}$ . Un proceso similar fue usado mas tarde para refinamiento de grano en aluminio. Una ventaja de RCS es, que puede ser adaptado fácilmente a un

proceso actual de laminado. RCS tiene el potencial para producir materiales nanoestructurados en una forma continua y económica. Un punto crítico es la necesidad de diseñar equipos y procesos programados para mejorar la homogeneidad microestructura (4).

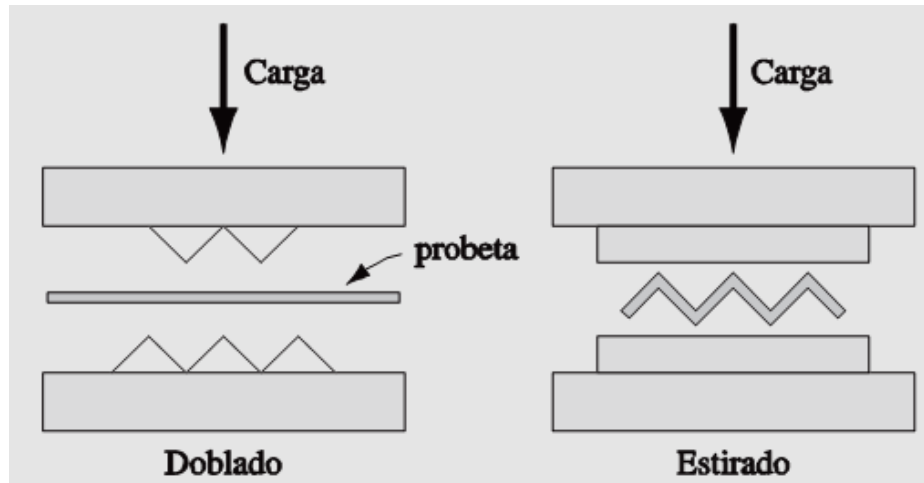


Fig. 1.23 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento doblado y enderezado repetitivo (11).

- **EXTRUSIÓN TORSIONAL (TE)**

El uso de TE para el refinamiento de grano fue introducido en el 2004. Durante la extrusión torsional la pieza de trabajo es presionada a través de un dado de extrusión cuya sección transversal mantiene su forma y tamaño mientras es torcido a través de un ángulo designado alrededor de su eje longitudinal. Como resultado la pieza de trabajo recobra su forma y tamaño después de cada pase. Es posible repetir el proceso sobre la muestra para un excelente refinamiento de grano. Una variedad en formas de sección trasversal, pero geometrías circulares con esta técnica no son posibles. En práctica y en analogía con torsión a alta presión (HPT), la deformación plástica no es uniforme a través de la sección transversal pero la deformación plástica se incrementa con la distancia de los ejes, a fin de que mas regiones distantes tengan un tamaño de grano fino. Esta heterogeneidad microestructural da como resultado propiedades mecánicas no homogéneas teniendo en el centro de la sección transversal una baja



resistencia. Anticipadamente la homogeneidad de la microestructura puede ser mejorada con el incremento de número de pases en el proceso (4) (22).

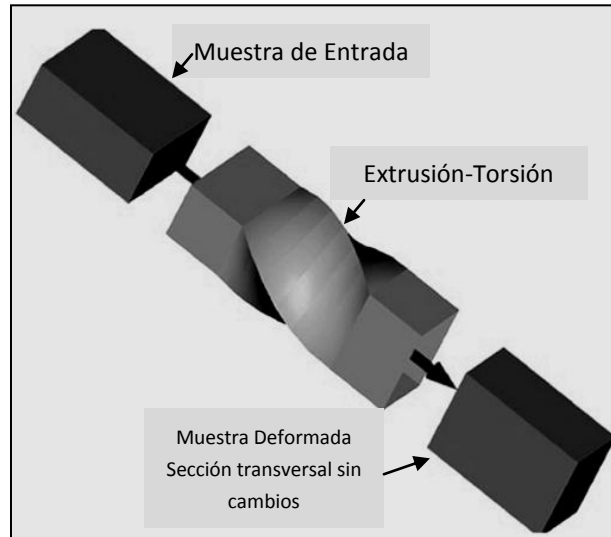


Fig. 1.24 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento extrusión torsional (4).

### 1.2.6 Investigaciones actuales y tendencias

El proceso de nanoestructurar está enfocado a obtener mejores propiedades en los materiales permaneciendo como una tarea básica de SPD. Nuevas oportunidades son explotadas por investigaciones recientes en el área de nano SPD, como Inducción de transformación de fases mediante SPD y la generación de vacancias, las cuales pueden ser dirigidas a la formación de novedosas nanoestructuras y propiedades. Actualmente, las técnicas de SPD están empezando a emerger de la escala laboratorio a ganar entendimiento para potenciales aplicaciones comerciales para materiales UFG. Primero metales puros y aleaciones comerciales están actualmente bajo una extensiva investigación y con gran potencial para aplicaciones especiales. Segundo, una creciente atención está dirigida al desarrollo de métodos para la producción continua y económicamente factible para el proceso de metales y aleaciones con tamaño de grano ultrafino (4). La técnica ECAP fue usada recientemente para la fabricación sistemática de barras largas de materiales nanoestructurados como el titanio, para aplicaciones

medicas. Especialmente usando una combinación de ECAP y tratamientos termo mecánicos con titanio puro comercial, lo cual fue posible alcanzar esfuerzos de 1100 MPa y una resistencia ultima a la tensión de 1230 MPa juntamente con una elongación a la falla razonable de 14%. Usando este procedimiento las barras de titanio fueron fabricadas con diámetros de 6.5 mm y longitudes de 800 mm y con variaciones en propiedades mecánicas a lo largo de su longitud no más de  $\pm 5\%$ . Una consideración adicional importante fue la utilización de material en más del 65%. Estos resultados proveen una clara demostración del gran potencial inherente usando la combinación de procesos como SPD y tratamientos termo mecánicos para la producción comercial de semi-productos como el titanio para aplicaciones médicas. Similares acercamientos que pueden ser usados también para fabricar materiales con tamaño de grano ultrafino para un rango de otras aplicaciones como por ejemplo, productos sensibles al peso como bicicletas de montaña de alto desempeño y componentes automotrices (4).

Otras investigaciones recientes, evaluaron el efecto de escalar sobre las propiedades mecánicas, microestructura, y trabajado en caliente de una aleación de Al-6061 de una escala a laboratorio de 12.5 mm de diámetro a una escala industrial con diámetro de 100 mm. Esta última investigación y todos los estudios más recientes confirman la viabilidad de escalar a nivel industrial ECAP para la fabricación de componentes a gran escala. Alternadamente técnicas de procesos en SPD a baja escala puede abrir interesantes direcciones en la fabricación de dispositivos micromecánicos. Un reporte reciente describe los primeros resultados del proceso ECAP usando dados a escala milimétrica y otro proceso propuesto de SPD llamado infiltración en estado sólido, consto en la penetración de aluminio sólido en una preforma de acero poroso bajo una alta presión impuesta. Estas técnicas está en una etapa muy temprana, generalmente la filosofía básica de proceso mediante SPD son también claramente aplicables a este dominio (4).

# CAPÍTULO II

## Procedimiento Experimental

### 2.1 Introducción

En el presente capítulo se detallará el procedimiento experimental que se llevo a cabo, tomando en cuenta el procesamiento, la preparación de las probetas para la caracterización mecánica, microscópica y de análisis térmico, estas provenientes de Deformación Plástica Severa (SPD) en tres técnicas: ECAP (Presión en canal angular constante), DECAP (Presión angular en doble canal constante) y TS-ECAP (Presión en canal angular constante en forma de "t"), así mismo, el material estándar Al6060 y material de inicio Al6060 con tratamiento térmico de homogenizado.

En el siguiente diagrama se muestra el programa experimental global de este trabajo. Se tiene una aleación de aluminio en la cual, los principales componentes químicos son: Al-Mg-Si, obtenida por un proceso convencional de extrusión como material estándar. Posteriormente a esta aleación se realizó un tratamiento térmico de homogenizado a una temperatura de 530 °C por 2 horas y temple en agua (23), en seguida, las probetas con el tratamiento térmico son deformadas por las técnicas de SPD ya mencionadas, realizando después un tratamiento de envejecido a un grupo de muestras "b" (ver fig. 2.9, 2.12 y 2.15) posteriormente se realizaron ensayos de tensión, microdureza para observar el efecto de SPD y del pos tratamiento térmico de envejecido sobre sus propiedades mecánicas, mientras que el otro grupo de probetas "a" (ver fig. 2.9, 2.12 y 2.15), es caracterizado mecánica, microestructural y térmicamente, analizando el efecto de SPD sobre su microestructura, propiedades mecánicas y la precipitación mediante un análisis térmico (DSC).

El diseño experimental fue propuesto con el objetivo de relacionar la microestructura del material procesado por SPD, con el desempeño del mismo utilizando las técnicas ECAP, DECAP, TS-ECAP.

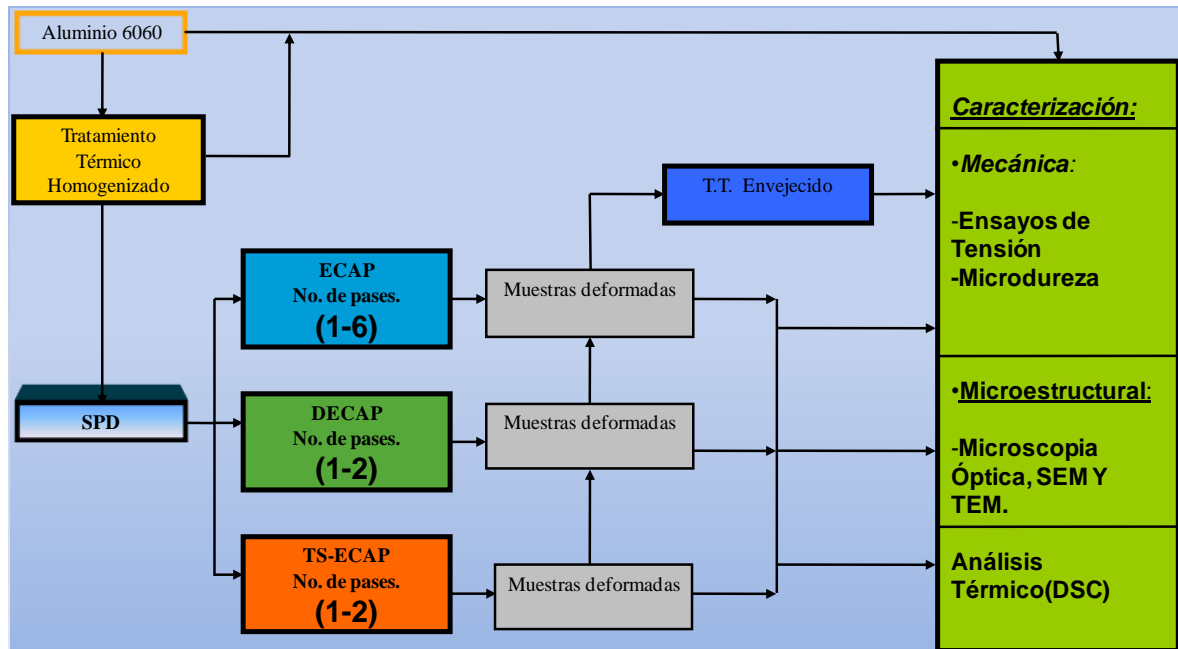


Fig. 2.1 Programa general de experimentación para la caracterización de Al 6060 procesado por SPD.

Tabla 2.1 Caracterización de probetas en la aleación de aluminio 6060.

Caraterización	Al6060		ECAP (1-6 pases)		DECAP (1-2 Pases)		TS-ECAP (1-2 Pases)	
	Probeta		Probeta (Ruta Bc)		Probeta (Ruta C)		Probeta (Ruta C)	
	A	B	A	B	A	B	A	B
T.T. Homogenizado (Pre deformado)		*	*	*	*	*	*	*
Muestra Deformada			*	*	*	*	*	*
Microdureza matriz			*		*		*	
T.T. Envejecido (muestra deformada)				*		*		*
Microdureza promedio	*	*		*		*		*
Ensayo de Tensión	*	*	*	*	*	*	*	*
Microscopía óptica	*	*	*(1 pase)		*(1 pase)		*(1 pase)	
TEM			*(3,6 pases)		*(2 pases)		*(2 pases)	
SEM	*	*	*(1,2, 6 pases)		*		*	
DSC		*	*					

## 2.2 Diseño, fabricación del dado y condiciones del material de inicio

### ➤ Diseño y fabricación del dado para SPD

El diseño del dado se basó en la idea de tener un sistema de fácil manejo dentro del laboratorio tomando en cuenta la forma y tamaño del mismo, que fuera versátil para utilizar diferentes técnicas de Deformación Plástica Severa como: ECAP, DECAP, TS-ECAP y MDF, con sólo elegir el sub ensamble del método requerido, además que nos permitiera deformar muestras sin comprometer la resistencia del dado, así como también obtener una probeta con las dimensiones adecuadas para poder caracterizarla. En la Fig. 2.2 se presenta, el ensamble del dado, con esto fue posible obtener un diseño ergonómico, que además permite adecuar un sistema de calentamiento. El diseño tipo sándwich es requerido para desarmar el dado y liberar la muestra ya deformada con mayor facilidad, además de poder preparar el canal adecuadamente entre cada experimento (limpieza del canal).

Tomando en cuenta lo anterior el dado se diseñó con las siguientes características técnicas:

- Longitud de 10 cm, y un diámetro de 9 cm.
- Pernos huecos de 4.76 mm para fijar los sub ensambles.
- Tornillos de 6.35 mm para armar y cerrar el dado.
- El dado ensamblado con forma cilíndrica nos permiten adecuar un sistema de resistencias, las cuales calentarán el dado para pruebas a alta temperatura (trabajo futuro).
- Se fabricó con un acero H13 con tratamiento superficial de carburizado y nitrurado, para minimizar el desgaste del dado.
- Acabado superficial en área de canal, para minimizar la fricción.

Este diseño de dado, nos permitió obtener muestras deformadas entre cada pase sin cambios significativos en las dimensiones finales del material.

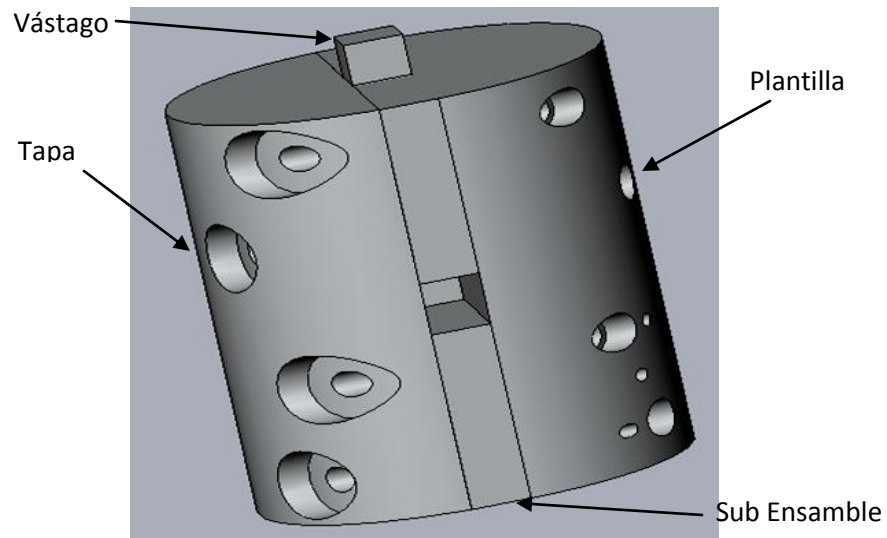


Fig. 2.2 Prototipo del dado ensamblado para SPD. (Vista isométrica)

Como se presenta en la figura 2.3, el dado consta de cuatro partes principales: la tapa base o plantilla, el sub ensamble (técnica SPD), tapa frontal y el vástago. El dado podrá ensamblarse y desarmarse entre cada pase de extrusión, además de poder utilizar otras técnicas ya mencionadas. El diseño de estos sistemas se realizó en Solid Works.<sup>(TM)</sup>

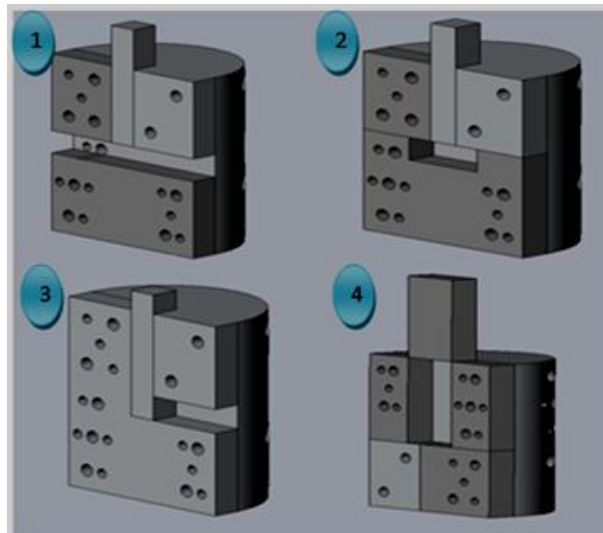


Fig. 2.3 Configuraciones en dado cilíndrico para diversas técnicas de SPD, 1. TS-ECAP, 2. DECAP, 3. ECAP, 4. FMD.

La figura 2.4 presenta la fotografía del dado. (a) Vista de dado abierto, (b) dado ensamblado.

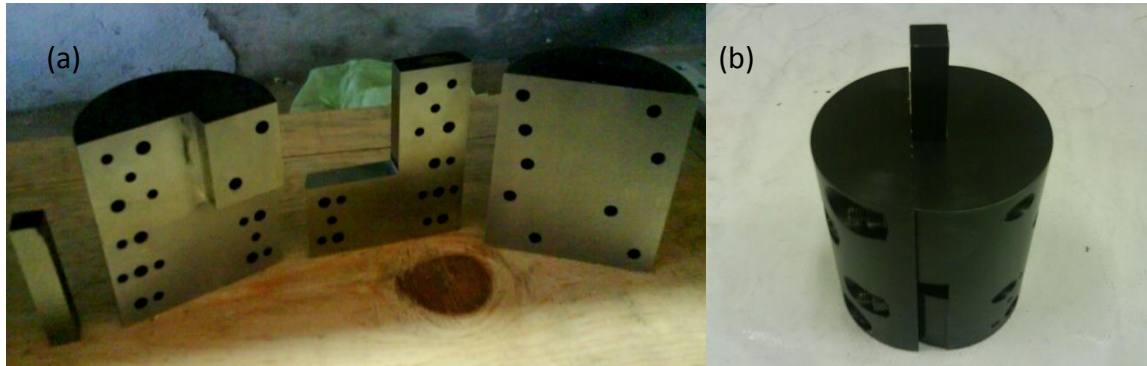


Fig. 2.4 Dado fabricado para SPD.

➤ **Condiciones de material de inicio.**

El material sometido a SPD fue una aleación de la serie 6xxx, (Al-Mg-Si), la cual proviene de un proceso de extrusión convencional como el diagrama mostrado en el capítulo 1(fig. 1.6). Se adquirieron barras de esta aleación con un área de 12.7 x 12.7 mm en su sección transversal, por un metro de longitud, estas barras de Al 6060 fueron cortadas a cada 35 mm de longitud sin modificar su sección transversal. Durante el proceso de corte se enfrió con agua evitando su calentamiento.

➤ **Tratamiento térmico de homogenizado**

Una vez dimensionadas las muestras, se realizó un tratamiento térmico de homogenizado monitoreando la temperatura con un termopar tipo k conectado a un termómetro digital marca Fluke modelo 54 II. Las probetas se llevaron a una temperatura de 530 °C, se mantuvo la temperatura por 2 horas y luego se enfriaron en agua a temperatura ambiente. (23) (24).

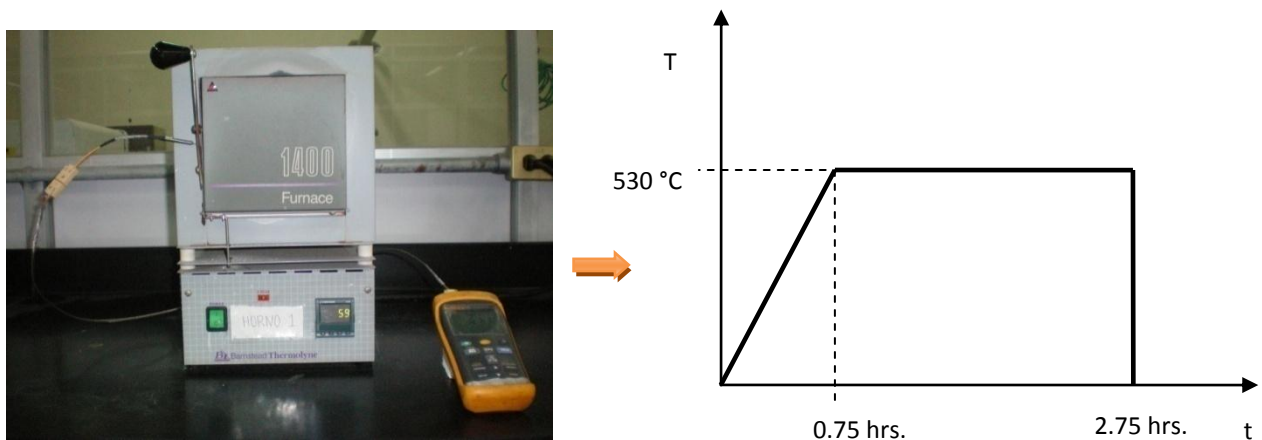


Fig. 2.5 Diagrama del Tratamiento térmico de homogenizado.

Para este tratamiento se utilizó un horno Barnstead Thermolyne, modelo FB1415M, como se presenta en la figura 2.5. Después del tratamiento térmico de homogenizado cada probeta fue pulida con lija no. 800 y 1200 obteniendo una superficie mas liza como se muestra en la figura 2.6, contribuyendo a disminuir el coeficiente de fricción durante el proceso de SPD. Con las probetas ya seccionadas y pulidas el siguiente paso fue procesarlas por SPD.

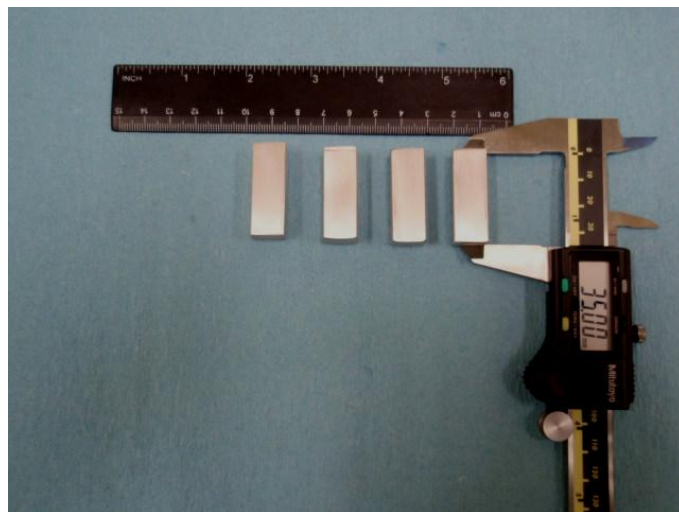


Fig. 2.6 Probetas rectangulares Al 6060 (12.7mm x 35 mm) utilizadas en SPD.



### 2.3 Procesamiento por SPD

Las técnicas usadas para deformar las probetas que provienen del tratamiento térmico de homogenizado fueron: ECAP, DECAP Y TS-ECAP. Como se mencionó anteriormente se ocupó el dado con sus diferentes configuraciones para procesar por duplicado cada muestra. Aunado a esto se realizó una simulación previa en el software de elemento finito Deform 3D<sup>(TM)</sup>, con el cual se obtuvieron estimaciones de los niveles de deformación en las probetas deformadas por un pase, permitiendo observar la homogeneidad en dichos métodos, así como también visualizar el flujo de material en cada proceso de extrusión, además de ver la geometría final de la muestra (Fig. 2.8 y 2.11).

En la Fig. 2.7 se presenta la secuencia en un sólo pase para cualquiera de las técnicas de SPD utilizadas en este trabajo. Se empieza limpiando los componentes del dado (Tapa base, subensamble, tapa frontal y vástago), principalmente en el área del canal por donde fluirá el material, en seguida aplica una capa de grafito sobre el área del canal y una capa de aceite lubricante, posteriormente se coloca la muestra en el dado, se ensambla y se ajusta con tornillos asegurándose de que el dado quede bien cerrado, se coloca el vástago y se lleva a la prensa para extruir el material, finalmente se desarma el dado para liberar el material y repetir nuevamente el proceso en cada pase.

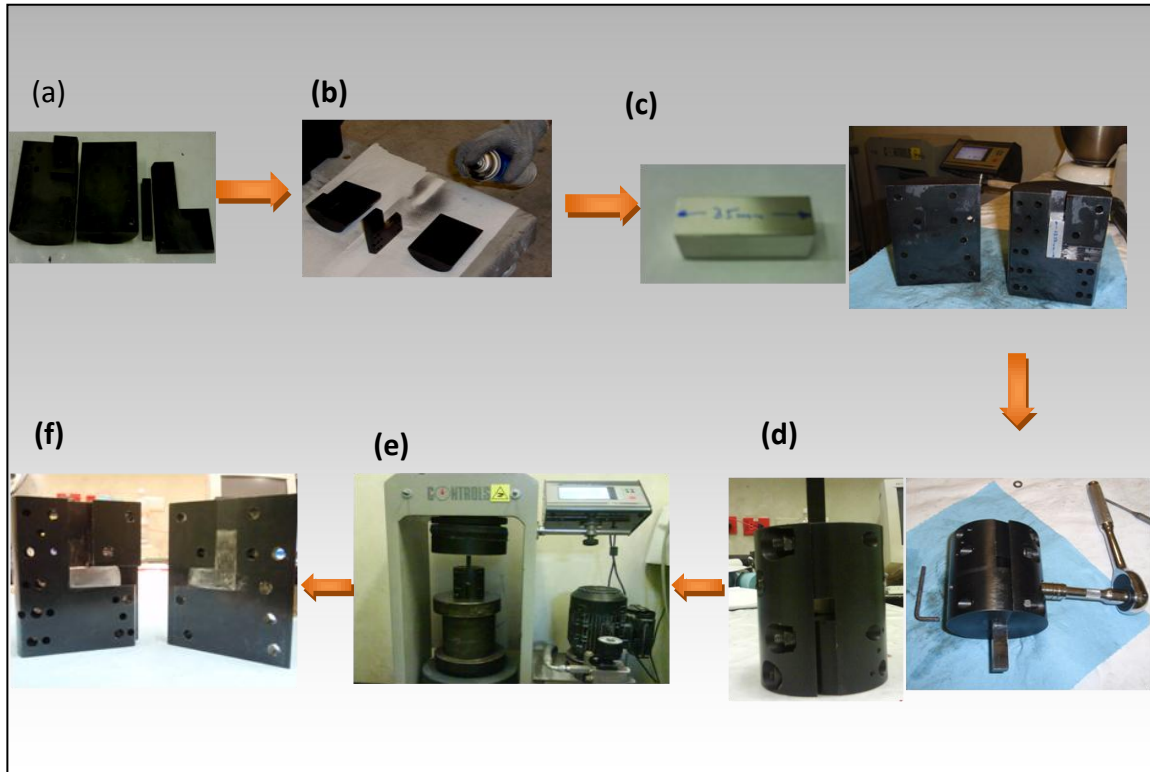


Fig. 2.7 Secuencia de Procesamiento por Deformación Plástica Severa.

### 2.3.1 Presión en canal angular constante (ECAP)

Como se observó en el plan experimental se deformaron probetas de 1 hasta 6 pases por duplicado, en cada pase la muestra fue rotada  $90^\circ$  en un mismo sentido, ruta Bc para ECAP y se rotó  $180^\circ$  en las técnicas DECAP y TS-ECAP.

En la figura 2.8 se muestra principalmente una aproximación de la deformación producida por ECAP mediante el software de simulación Deform 3D<sup>(TM)</sup>, en esta ilustración se observa el origen de la formación de la banda de corte por los esfuerzos cortantes, también se observa como el material fluye a través del canal sin tener cambios considerables en la forma final de la muestra, que es lo que se esperaría en una aproximación a las probetas obtenidas en el proceso real por este método. El principal objetivo de esta figura (fig. 2.8), es ilustrar el proceso de extrusión.

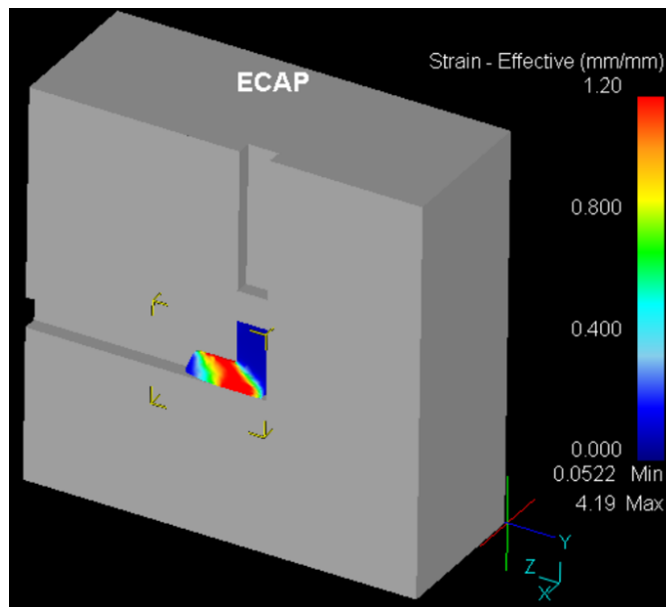


Fig. 2.8 Simulación de ECAP 1 pases mediante software de elemento finito (Deform 3D).

A continuación se muestran diferentes fotografías del proceso real, donde se puede observar que conforme va aumentando el número de pases y debido a la ruta Bc del proceso, se va generando un pico característico mediante la técnica de ECAP, se muestra también la repetitividad en cada uno de las muestras por su similitud con su duplicado. En la figura 2.9 se observa que las muestras "a" son muy similares a las probetas "b", viendo que en cada pase crece el pico característico así como también van apareciendo grietas en la superficie del material, por lo cual se decidió solo dar 6 pases por muestra.

Otra característica que es posible observar es la banda de corte, que es generada al pasar por el cambio abrupto en el canal, en este caso es de  $90^\circ$ .



Fig. 2.9 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica ECAP de 1-6 pases (vista superior).

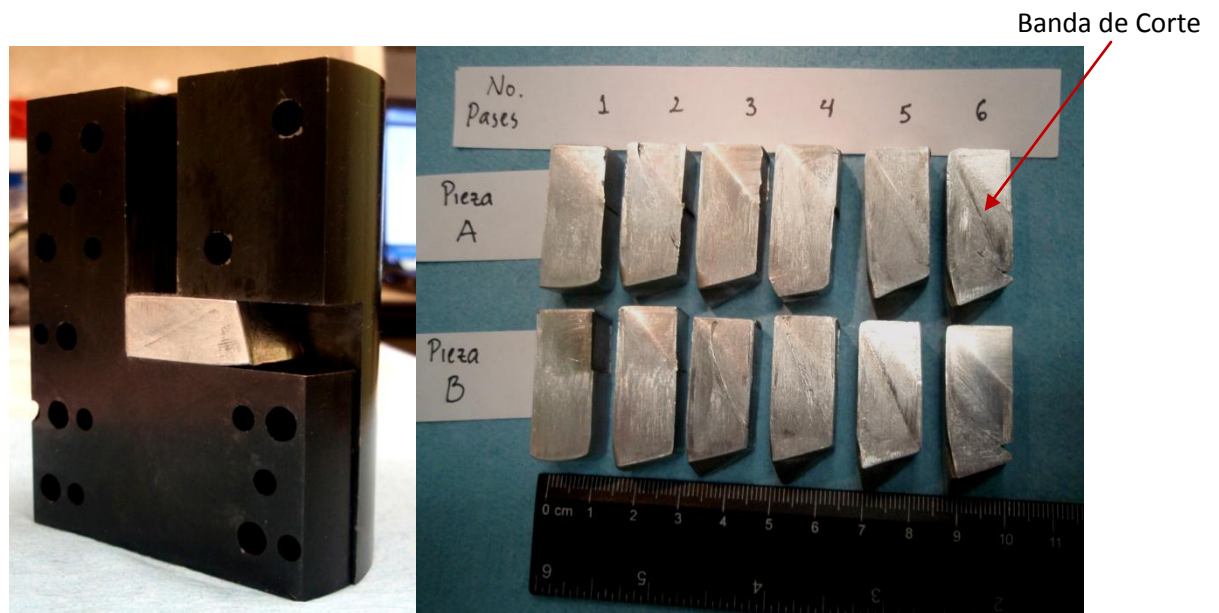


Fig. 2.10 Banda de corte en probetas ECAP 1-6 pases (vista longitudinal).

En la tabla 2.2 se exhiben los parámetros de procesamiento, registrados en cada pase y muestra deformada. La velocidad promedio de extrusión en las muestras procesadas por ECAP fue de 25.5 mm/min, se observa que la carga necesaria para deformar cada

muestra va aumentando en función del número de pases. El rango de esfuerzos en todos los experimentos realizados en ECAP fue de 368.28 MPa a 775 MPa.

Tabla 2.2 Parámetros de Procesamiento Mediante ECAP.

Probeta	No. De Pases																		Promedio por probeta		
	1			2			3			4			5			6					
	(Mpa)	(KN)	(mm/min)	(Mpa)	(KN)	(mm/min)	(Mpa)	(KN)	(mm/min)	(Mpa)	(KN)	(mm/min)	(Mpa)	(KN)	(mm/min)	(Mpa)	(KN)	(mm/min)	(Mpa)	(KN)	(mm/min)
1-A	368,28	59,40	26,72																368,28	59,4	26,72
1-B	640,46	103,30	25,00																640,46	103,3	25
2-A	372,00	60,00	26,92	481,74	77,70	26,92													426,87	68,85	26,92
2-B	504,68	81,40	24,82	504,68	81,40	25,36													504,68	81,40	25,09
3-A	476,16	76,80	28,93	481,74	77,70	26,32	775,00	125,00	25,93										577,63	93,17	27,06
3-B	471,20	76,00	26,32	524,52	84,60	28,00	613,80	99,00	25,00										536,51	86,53	26,44
4-A	495,38	79,90	25,36	533,20	86,00	26,32	556,76	89,80	25,00	640,46	103,30	25,00							556,45	89,75	25,42
4-B	417,26	67,30	27,78	458,80	74,00	29,66	525,76	84,80	28,00	520,80	84,00	26,32							480,66	77,53	27,94
5-A	535,68	86,40	24,48	505,30	81,50	28,46	550,56	88,80	24,82	554,90	89,50	26,32	593,34	95,70	23,33				547,96	88,38	25,48
5-B	521,42	84,10	25,93	530,72	85,60	30,17	580,94	93,70	27,34	580,32	93,60	25,00	571,02	92,10	26,32				556,89	89,82	26,95
6-A	494,76	79,80	26,32	471,20	76,00	26,32	524,52	84,60	26,32	558,00	90,00	23,33	642,94	103,70	26,32	561,10	90,50	22,15	542,09	87,43	25,12
6-B	434,00	70,00	25,00	525,76	84,80	26,32	512,74	82,70	25,74	569,78	91,90	22,88	580,94	93,70	24,48	590,24	95,20	24,14	535,58	86,38	24,76
Promedio por pase	477,61	77,03	26,13	501,77	80,93	27,38	580,01	93,55	26,02	570,71	92,05	24,81	597,06	96,30	25,11	575,67	92,85	23,14			

\*Velocidad de extrusión en mm/min.

### 2.3.1 Presión en doble canal angular constante (DECAP)

Esta técnica es un método propuesto en este trabajo para deformación plástica severa. El método que más tiene similitud es TS-ECAP el cual se publicó en el 2009 (25). Sin embargo con la inquietud de estudiar el efecto producido por las restricciones a ambos lados del canal sobre la probeta al deformarse, se realizó una simulación del proceso con la motivación de explorar este método esperando obtener resultados semejantes a ECAP y TS-ECAP, pero con mayor homogeneidad en el material procesado. En este método solo se llegó a dar dos pases debido a que en el segundo pases se observó agrietamiento. Como parte de las simulaciones realizadas para estudiar estas técnicas

en la siguiente figura (2.11) se observa el comportamiento del material durante la extrusión. Teniendo como similitud el cambio abrupto de canal a 90°, DECAP a diferencia de ECAP, es un método donde se encuentra que el material fluye a ambos lados del canal generando dos bandas de corte, también un patrón de flujo distinto, se observa además que el material choca contra las restricciones reacomodándose en la cámara. En este método la pieza fue rotada 180 ° entre cada pase.

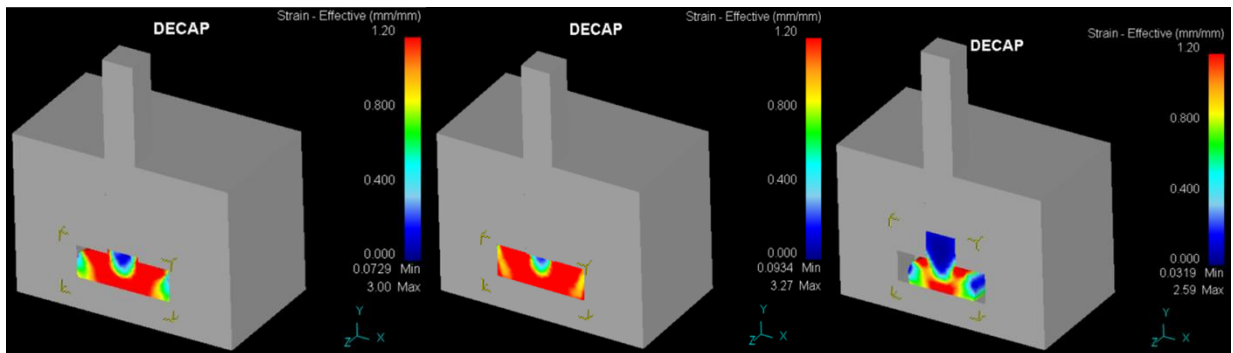


Fig. 2.11 Simulación de DECAP 1 pase mediante software de elemento finito (Deform 3D).

En el procesamiento por DECAP se obtiene lo siguiente, tanto en las piezas (a) y (b) del primer pase se observa que los bordes laterales, así como el superior e inferior tienden a adoptar la forma de cuadrada de la cámara en dicho método, se presenta también una grieta en la base inferior de la probeta. (Fig. 2.12)

En el segundo pase se rota la pieza 180 °, se observa que permanece la grieta en la base inferior, la parte lateral del lado derecho tiende a adoptar un ángulo de 90 ° entre la base y el borde lateral, mientras que en el otro extremo se forma un pico similar a los formados por ECAP. Por otro lado en la pieza (a) del segundo pase se muestra con un poco mas de claridad el patrón de flujo que sigue este proceso de extrusión observando una especie de arco hacia abajo que crece desde el centro en el borde superior, lo cual se puede interpretar como dos líneas de corte una hacia el lado derecho y la otra al lado izquierdo como la que se forma en ECAP.



Fig. 2.12 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica DECAP de 1-2 pases.

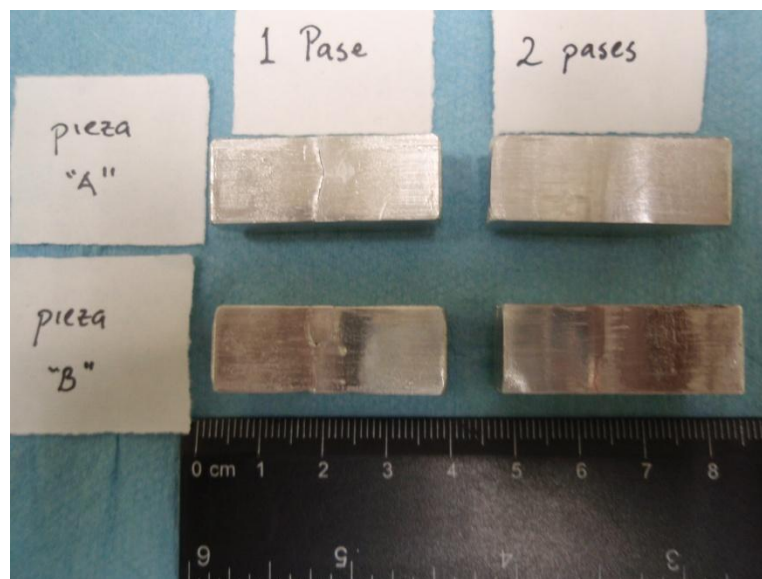


Fig. 2.13 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica DECAP de 1-2 pases (vista desde la parte inferior).

En la Fig. 2.13 se muestra la que la grieta mostrada en la parte frontal, cruza la sección transversal. Esto es más pronunciado en las muestras del primer pase, sin embargo, se aprecian de forma más tenue en las muestras de los segundos pases. Las muestras (a) y (b) con ambos pases producidas por DECAP, muestran la reproducibilidad del experimento por su similitud en geometría final, flujo de material y tipo de grietas observadas.



En este proceso de extrusión se presentaron pequeñas cavidades en las esquinas del canal, que no fueron ocupadas por el material, esto debido a que hay una diferencia en volumen entre el material y la cámara interna del dado. Como se observa en la figura 2.14, el material choca contra las restricciones del dado, formando una geometría casi cuadrada en tanto el material fluye dirigiéndose a los lados del canal como lo que predice la simulación. Al igual que en ECAP, también se muestran los parámetros de procesamiento obtenidos en cada experimento. (Tabla 2.3)

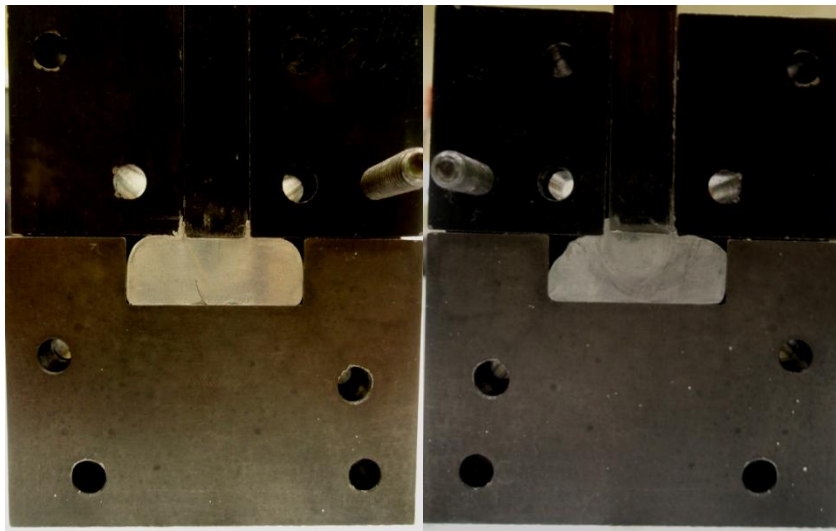


Fig. 2.14 Probetas de 1 pase (lado izquierdo) y 2 pases (lado derecho), procesadas por DECAP.

De acuerdo a la tabla 2.1, la velocidad promedio de extrusión fue de 24.59 mm/min y los rangos de carga ocupada en los experimentos fue de 98.5 KN a 122.3 KN. Al igual que en ECAP, la carga necesaria para extruir el material va aumentando en función del número de pases.



Tabla 2.3 Parámetros de Procesamiento Mediante DECAP.

Probeta	No. De Pases						<i>Promedio por probeta</i>		
	1			2					
	(Mpa)	(KN)	V(mm/min)	(Mpa)	(KN)	V(mm/min)	(Mpa)	(KN)	V(mm/min)
1-A	638,60	103,00	26,32				<b>638,60</b>	<b>103,00</b>	<b>26,32</b>
1-B	657,20	106,00	23,33				<b>657,20</b>	<b>106,00</b>	<b>23,33</b>
2-A	610,70	98,50	25,93	758,26	122,30	23,33	<b>684,48</b>	<b>110,40</b>	<b>24,63</b>
2-B	629,30	101,50	24,82	740,28	119,40	24,82	<b>684,79</b>	<b>110,45</b>	<b>24,82</b>
<i>Promedio por pase</i>	<b>633,95</b>	<b>102,25</b>	<b>25,10</b>	<b>749,27</b>	<b>120,85</b>	<b>24,08</b>			

### 2.3.2 Presión en Canal Angular Constante en forma de "T" (TS-ECAP).

En este tercer método así como en DECAP, se deformaron muestras por duplicado únicamente hasta dos pases. Observando la siguiente figura se tiene que desde el primer pase se crean grietas en el material muy parecidas a las que se generaron en DECAP, pero de una manera más pronunciada. La probeta se roto 180 ° entre pase, el patrón de flujo es muy similar a DECAP así como el proceso de extrusión en casi su totalidad. También se observa que los bordes laterales son redondeados debido a que en este método el material fluye a ambos lados del canal encontrar ninguna restricción. (Figura 2.15 y 2.16)

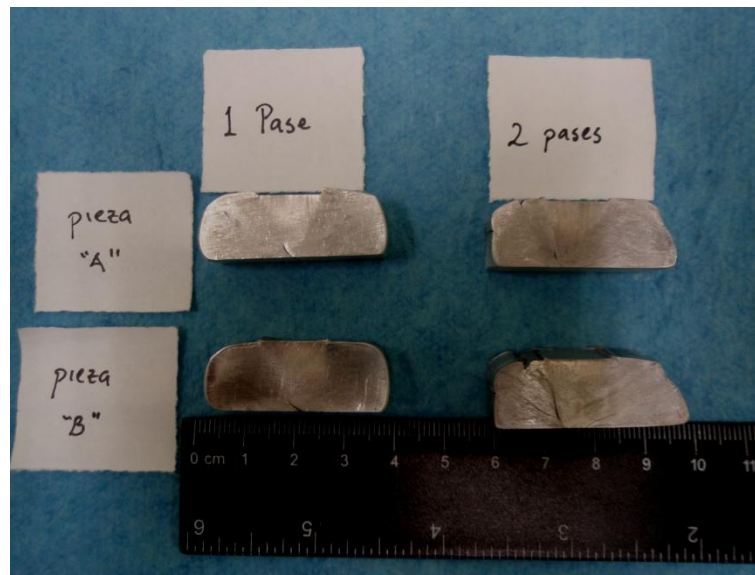


Fig. 2.15 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica TS-ECAP de 1-2 pases.

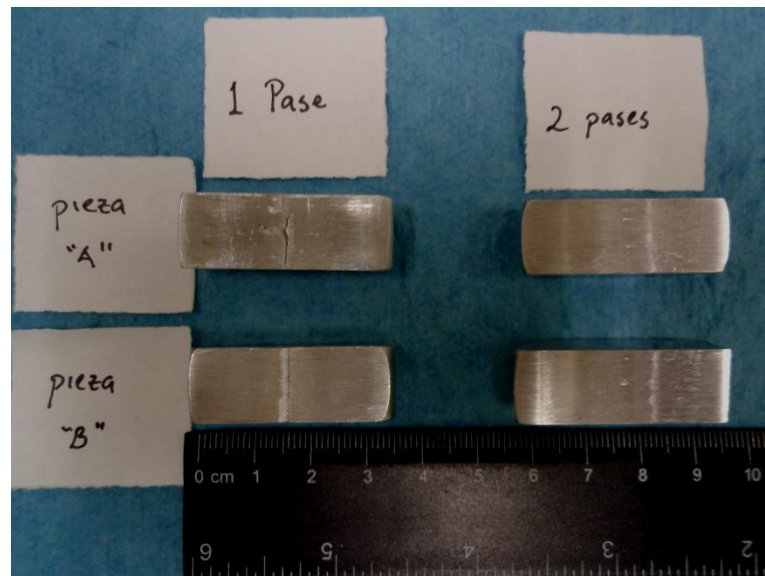


Fig. 2.16 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica DECAP de 1-2 pases (vista desde la parte inferior).

Las siguientes fotografías (figura 2.17) muestran las probetas deformadas de uno y dos pases en TS-ECAP, de la misma manera que los métodos anteriores se procesaron muestras por duplicado para ver la reproducibilidad del experimento y someter un grupo de muestras a un tratamiento térmico de envejecido.

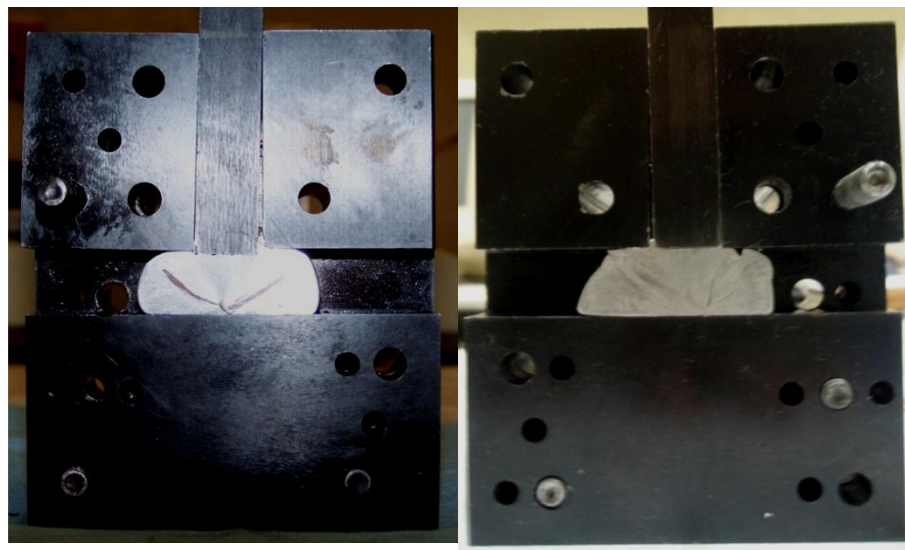


Fig. 2.17 Probetas de 1 pase (lado izquierdo) y 2 pases (lado derecho), procesadas por TS-ECAP.

En los datos de procesamiento por TS-ECAP, se tiene una velocidad de extrusión de 24.64 mm/min y un rango de 70.1 KN a 90 KN en la carga requerida para deformar las muestras por este método. Al igual que los otros dos métodos la carga ocupada para deformar el aluminio aumenta en función del número de pases (ver tabla 2.4).

Tabla 2.4 Parámetros de Procesamiento Mediante TS-ECAP.

Probeta	No. De Pases						<i>Promedio por probeta</i>		
	1			2					
	(Mpa)	(KN)	V(mm/min)	(Mpa)	(KN)	V(mm/min)	(Mpa)	(KN)	V(mm/min)
1-A	434,62	70,10	25,74				434,62	<b>70,10</b>	<b>25,74</b>
1-B	434,62	70,10	25,74				434,62	<b>70,10</b>	<b>25,74</b>
2-A	448,26	72,30	24,82	499,10	80,50	25,00	<b>473,68</b>	<b>76,40</b>	<b>24,91</b>
2-B	558,00	90,00	22,88	543,12	87,60	23,97	<b>550,56</b>	<b>88,80</b>	<b>23,42</b>
<i>Promedio por pase</i>	<b>468,88</b>	<b>75,63</b>	<b>24,79</b>	<b>521,11</b>	<b>84,05</b>	<b>24,49</b>			

## 2.4 Preparación de muestras procesadas por SPD

### 2.4.1 Tratamiento térmico de envejecido y corte de muestras deformadas

Previo a la caracterización mecánica, las probetas "b" deformadas por los distintos métodos de SPD (ver tabla 2.1), se le realizó un tratamiento térmico de envejecido a 170 °C por 20 minutos, se dejó enfriar dentro del horno (15).

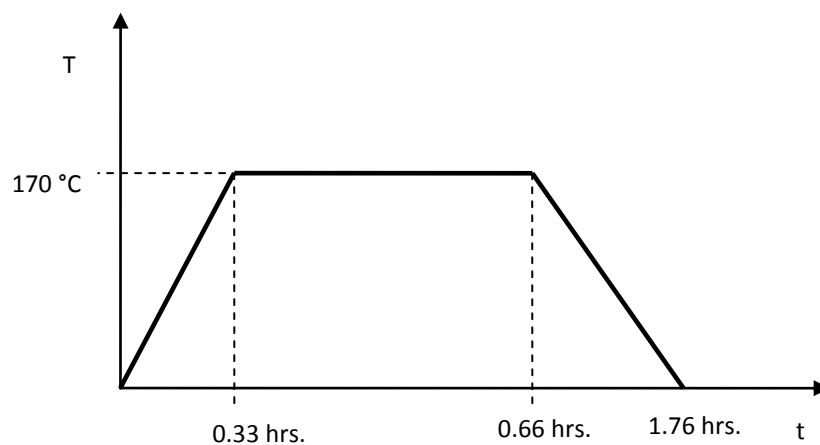


Fig. 2.18 Diagrama del Tratamiento térmico de Envejecido.

Tanto las muestras (a) y (b) de los tres métodos fueron marcadas para cortarse en diferentes secciones, distribuyéndolas hacia los diferentes tipos de caracterización. Se usó una cortadora semiautomática Struers modelo Accuom-5, con disco de alúmina de un espesor de 0.5 mm, se cortó a 2,600 revoluciones por minuto y se programó un avance de 0.3 mm/min enfriando con agua.

Como se mencionó previamente la caracterización se dividió en mecánica y microestructural y se realizó selectivamente a cada uno los métodos de deformación plástica severa (ECAP, DECAP y TS-ECAP). Por la parte mecánica se realizaron mediciones de microdureza (matrices y promedios) y ensayos de tensión. La parte microestructural se caracterizó mediante microscopía óptica, SEM y TEM, además de análisis térmico mediante DSC. *Cabe mencionar que la caracterización tanto mecánica como microestructural, se concentro en analizar la zona central de la muestra en su sección longitudinal.*

En la figura 2.19 se explica de manera esquemática los cortes realizados en las probetas deformadas y también de material de inicio sin deformación plástica severa. De acuerdo al diagrama, la muestra se marco en tres partes A (A1, A2 y A3), B y C en su sección longitudinal.

La sección A: se obtuvieron tres piezas, la sección A1 se cortó una laminilla de entre 0.3-0.7 mm de espesor por 32-35 mm de longitud, esta laminilla fue utilizada para caracterizarla mediante TEM, la sección A2 se cortó de igual manera que la sección A1, otra laminilla de entre 0.3-0.7 mm de espesor por 32-35 mm de longitud, esta sección fue empleada para hacer análisis térmico (DSC). La sección sobrante A3, con un espesor de 4 mm aproximadamente y de igual longitud a las anteriores, fue preparada para la caracterización mediante SEM.

La sección B: Es la parte central de la muestra fue seleccionada para maquinar una probeta para ensayos de tensión, el corte fue de 4-5 mm de espesor por 32-35 mm de largo.

La sección C: Con un espesor aproximado de 2.5-3 mm y un largo de 32-35 mm, se destino para mediciones de microdureza.

También se hicieron cortes longitudinales del aluminio estándar y con el tratamiento térmico de homogenizado. Cabe mencionar que sólo se analizaron las caras internas de dichas muestras en todas las técnicas de caracterización.

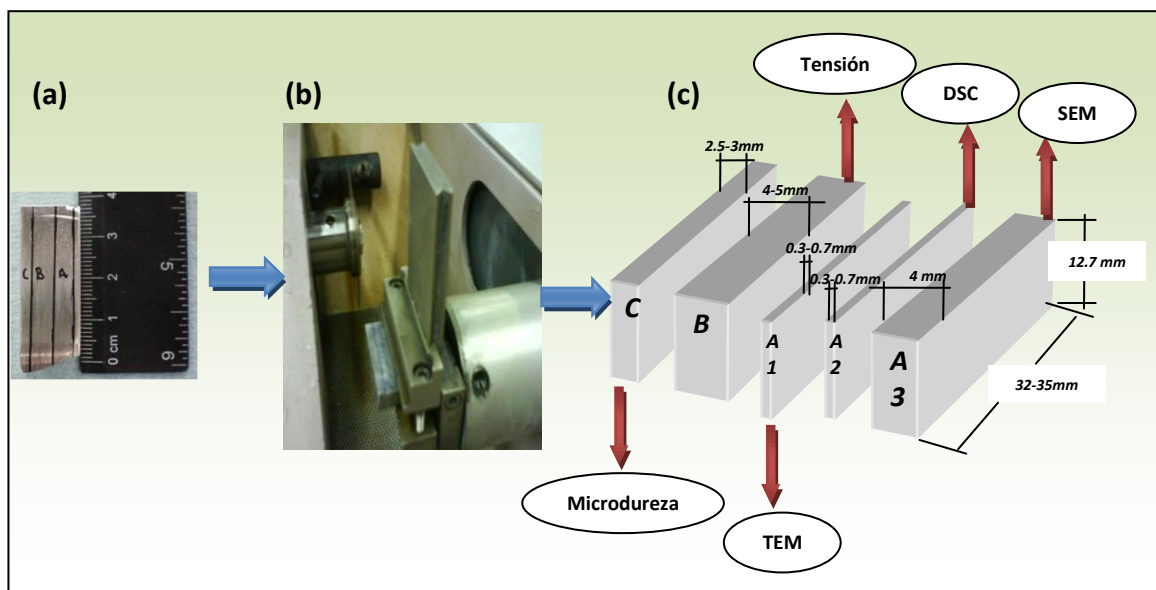


Fig. 2.19 Corte en secciones de muestras procesadas por SPD.

#### 2.4.2 Preparación de muestras para caracterización mecánica.

##### ➤ Microdureza

A las probetas procesadas por las tres técnicas de SPD, el aluminio estándar, así como también al aluminio proveniente del tratamiento térmico de envejecido se realizaron mediciones de microdureza (ver tabla 2.1). Todas las muestras fueron montadas con resina epóxica en frío para no ver afectadas las propiedades mecánicas por efecto de la temperatura, además de nivelar la muestra, para poder obtener una huella bien

definida para una medición correcta. Una vez montadas las muestras se pulió la superficie con lijas no. 500, 800, 1200 y 2400. (Ver figura 2.20)

En las muestras deformadas sin el tratamiento térmico de envejecido se realizó una matriz de indentaciones para obtener mapas de microdureza, mientras que a las muestras deformadas, con el tratamiento térmico de envejecido, aluminio estándar y al aluminio con el tratamiento térmico de homogenizado, solo se hizo un promedio de microdureza del material (ver tabla 2.1). La carga utilizada para el aluminio fue de 200grf por 15 segundos de acuerdo a la norma ASTM E384 (26). El equipo utilizado fue un microdurometro Shimadzu Tipo: M No. 89187

Los mapas de microdureza se realizaron de la siguiente manera. Teniendo un ancho de 12.7 mm, un largo de entre 32-35 mm y un espesor de 2.5 a 3 mm, se decidió crear un aproximado de 5 filas por 14 a 17 columnas, formando mapas de entre 70 a 81 indentaciones por muestra, se dejó un espaciamiento aproximado de 2 mm a lo largo y a lo ancho entre cada indentación.

Para el promedio de microdureza sólo se hicieron 2 filas por 14 indentaciones cada una, sobre la zona centro en la sección longitudinal de la muestra.



Fig. 2.20 Corte longitudinal de muestra deformada por ECAP, montada en resina epóxica y pulida hasta lija 2400.

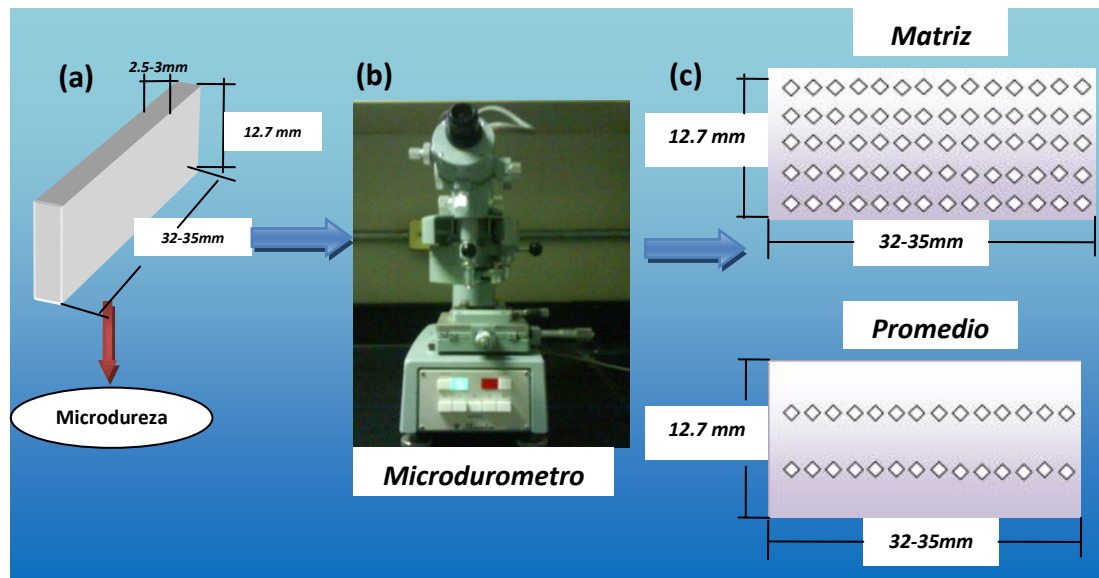


Fig. 2.21 Secuencia experimental para Mapas de microdureza

### ➤ Preparación de muestras para ensayo de tensión.

Para los ensayos de tensión, se tomó la sección central de las muestras deformadas por las técnicas SPD con y sin el tratamiento térmico de envejecido, así como también el aluminio estándar y el aluminio con el tratamiento térmico de homogenizado (Ver tabla 2.1). En la figura 2.22 se muestra el diseño de la probeta y sus medidas en milímetros, una longitud de 35 mm, los hombros de 12.7mm por 8.5 mm, un radio de 3mm, una longitud calibrada de 12 mm y su sección transversal de 3 mm de espesor por 4 mm de ancho.

Los ensayos fueron realizados en la máquina Universal Instron modelo 8502 de 10 toneladas, los parámetros para el ensayo de tensión fueron de 7.2 mm/min, en la velocidad del cabezal (26).

No existe una norma para que especifique dimensiones de probetas tan pequeñas, por lo que se realizó el experimento bajo las condiciones anteriores. Se tuvo el cuidado con el maquinado de la probeta enfriando con lubricante para no afectar la microestructura.

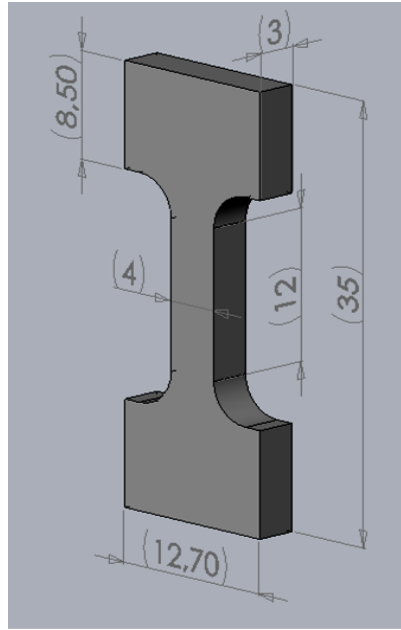


Fig. 2.22 Diseño de probeta para ensayo de tensión (acotaciones en mm).

#### 2.4.3 Preparación de muestras para Caracterización Microestructural

La caracterización microestructural se llevó a cabo utilizando selectivamente microscopía óptica, SEM y TEM. Mediante la microscopía óptica se obtuvieron micrografías del aluminio estándar y el aluminio con el tratamiento térmico de homogenizado. SEM para observar fases presentes y microscopía en transmisión para observar microestructura en probetas deformadas por SPD sin el tratamiento térmico de envejecido (ver tabla 2.1).

##### ➤ Preparación para microscopía óptica y SEM

En este caso la preparación para estas técnicas de caracterización fue muy similar. Las muestras que se prepararon para observarlas en el microscopio óptico fueron el aluminio estándar, el aluminio con el tratamiento de homogenizado y las muestras procesadas con un pase de extrusión mediante ECAP, DECAP y TS-ECAP.



Para analizar mediante SEM, se prepararon probetas con 1, 2 y 6 pases de ECAP, probeta de 2 pases DECAP, probeta 2 pases TS-ECAP, aluminio 6060 estándar y aluminio 6060 con tratamiento de homogenizado (ver tabla 2.1).

En el siguiente diagrama (Figura 2.23) se muestra la secuencia de preparación de muestras, para ambas técnicas se requieren de muestras con acabado espejo en su superficie. Para observar en el microscopio óptico se pulieron muestras con lijas no. 500, 800, 1,200, 2,400, paño con alúmina de 0.3 micras y silica coloidal. Posteriormente se preparo un reactivo para atacar la muestra con acabado espejo y revelar su microestructura, el reactivo que se utilizó es llamado Keller, consta de 1 ml de HF, 2.5 ml de HNO<sub>3</sub> y 1.5 de HCl, en 95 ml de agua destilada. Se atacó por inmersión de la muestra en el reactivo, sumergiendo al aluminio por un tiempo aproximado de 3 a 5.5 min. Para la preparación de la muestra a observarse en el SEM (JEOL, JSM-6510LV), solo se pulió hasta llegar al acabado espejo con la secuencia ya mencionada anteriormente, sin atacar la muestra.

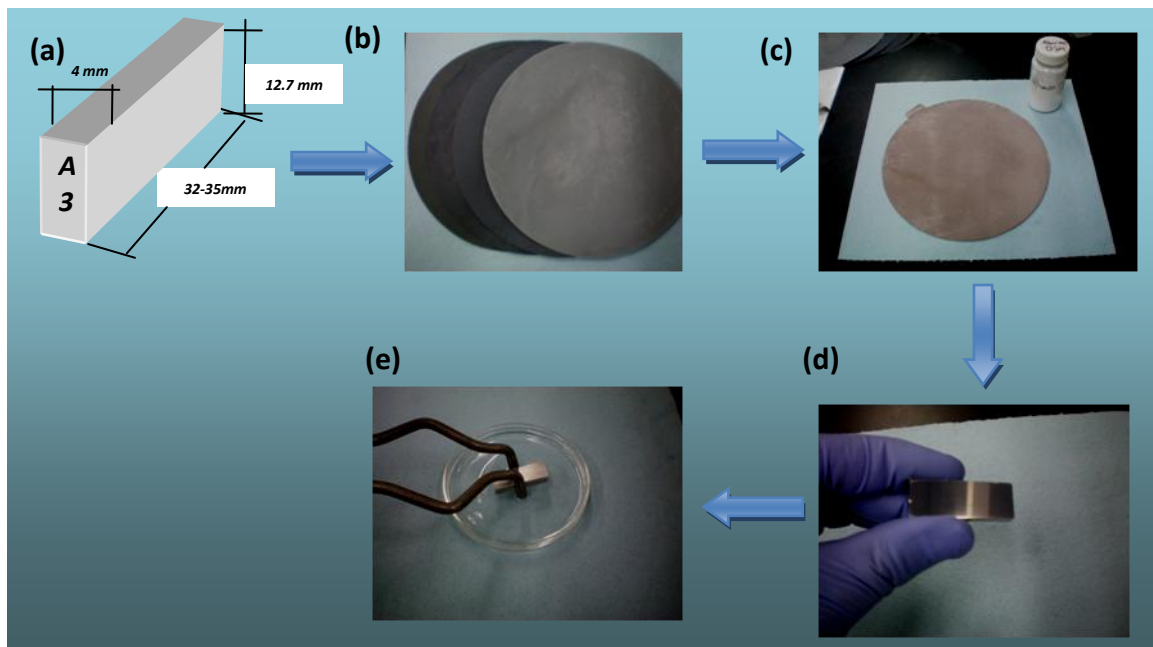


Fig. 2.23 Secuencia experimental de preparación de muestras para microscopía óptica y SEM.

➤ **Preparación de muestras para microscopia electrónica de transmisión (TEM)**

Las probetas seleccionadas para observar microestructura en transmisión fueron: Probetas con SPD, sin el tratamiento térmico de envejecido con 1,2 y 6 pases procesadas por ECAP, muestra con 2 pases por DECAP y probeta con 2 pases por TS-ECAP (ver tabla 2.1).

Las laminillas (sección A1, Fig. 2.19) con un espesor de 0.3-0.7 mm, fueron empleadas para preparar muestras y poder ser observadas en TEM. A continuación se describe la metodología empleada en su preparación.

Observando el diagrama de la figura 2.24, se empieza cortando la muestra con el grosor mínimo posible, ya que la muestra debe estar lo suficientemente delgada para ser observada por TEM.

Una vez cortada la muestra se empezó a adelgazar mecánicamente con lija no. 500, hasta lograr un espesor mínimo de 0.15 a 0.2 mm, posteriormente se utilizaron lijas no. 800, 1,200 y 2,400 para mejorar el acabado de la superficie, después, se troqueló la laminilla con unas pinzas dejando una rodaja circular de 3.15 mm de diámetro, para adelgazar aun más esta muestra se utilizó una celda electrolítica con un electrolito compuesto de 75 % de metanol y 25% de ácido nítrico a temperatura ambiente, el rango del voltaje de operación en el electropulido fue de 2 a 6 Volts por un tiempo aproximado de 5 a 10 min. Se colocó una mica sobre el electrolito con un orificio en su centro con diámetro de 1.51 mm, se coloca la muestra sobre este pequeño orificio para que preferencialmente se adelgace en esta sección y asegurarse que la muestra este lo suficientemente delgada (menor a 70  $\mu\text{m}$ ) para observarla por TEM (JEOL Modelo JEM 1020)

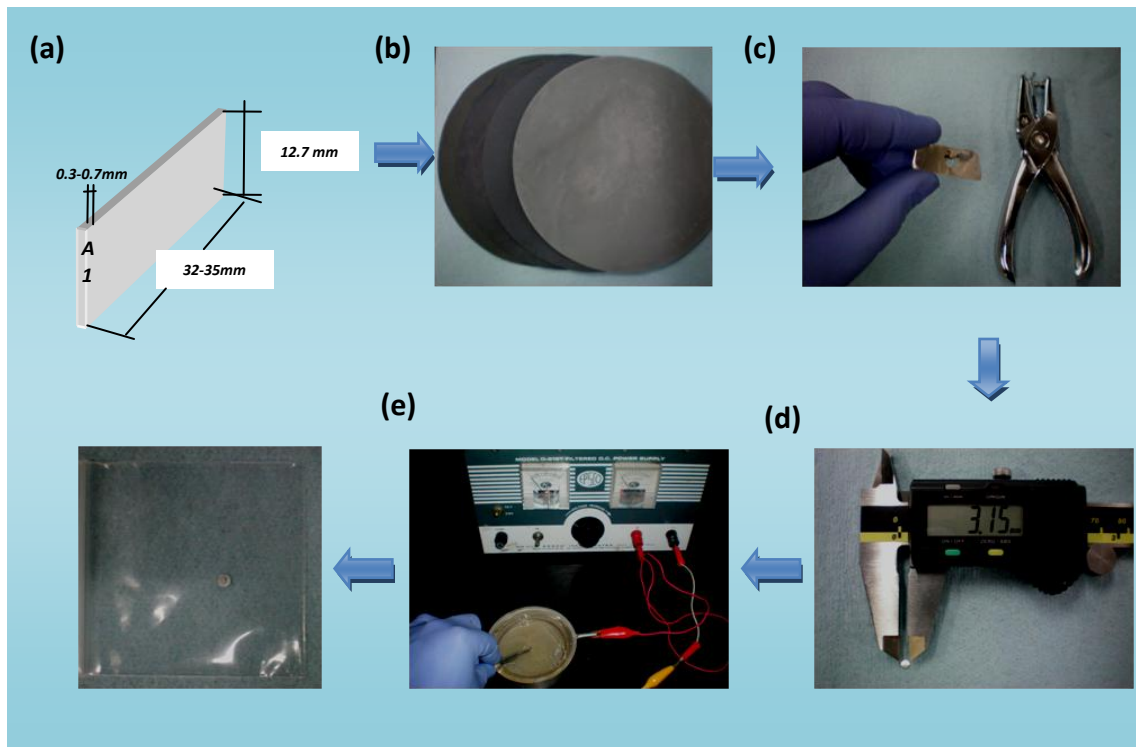


Fig. 2.24 Secuencia experimental de preparación de muestras para microscopía electrónica en transmisión.

## 2.5 Calorimetría Diferencial De Barrido (DSC).

### ➤ Preparación de muestras para DSC.

Las muestras preparadas para esta técnica fueron todas las procesadas por los diferentes métodos de SPD, con sus respectivos número de pases, sin el tratamiento térmico de envejecido (ver tabla 2.1), esto con el objetivo de ver el efecto de la deformación sobre la precipitación, también se prepararon muestras del aluminio estándar y el aluminio con el tratamiento térmico de homogenizado para compararlas entre sí.

Los parámetros establecidos para el experimento en el DSC marca Perkin Elmer, fue calentar a 30 °C/min hasta una temperatura de 530 °C, los crisoles para colocar la muestra así como para la referencia fueron de aluminio puro, el gas utilizado fue nitrógeno con un flujo de 20 ml/min, el peso de las muestras a analizar fue de 10 mg y

la referencia fue aluminio puro. Se corrió una prueba con aluminio puro para generar la línea base y poder observar las reacciones exotérmicas y endotérmicas que se presentaron durante el experimento con respecto al Al6060 procesados por SDP, los parámetros de experimentación para esta línea base fueron iguales a los ya mencionados anteriormente.

En cuanto a la preparación de la muestra se tomó como referencia la metodología de preparación de muestras para TEM, considerando que la laminilla cortada ya con el desbaste quedara en un espesor de 0.3- 0.4 mm para obtener un peso de 17.19-22.92 mg de acuerdo a su volumen dado al troquelar la laminilla con un diámetro 6 mm para luego ser ajustada a un peso de 10 mg mediante electropulido. El diámetro de la muestra es aproximadamente igual al diámetro máximo de los crisoles en el DSC, para esta técnica no se ocupa que la muestra sea delgada, si no que esté dentro del peso requerido. En el electropulido se sumergió la rodaja en su totalidad dentro del electrolito. Después de todo este proceso las muestras se encapsulan en aluminio puro para (Figura 2.25 (f)) poner la muestra y la referencia en sus respectivos crisoles dentro de la cámara del DSC.

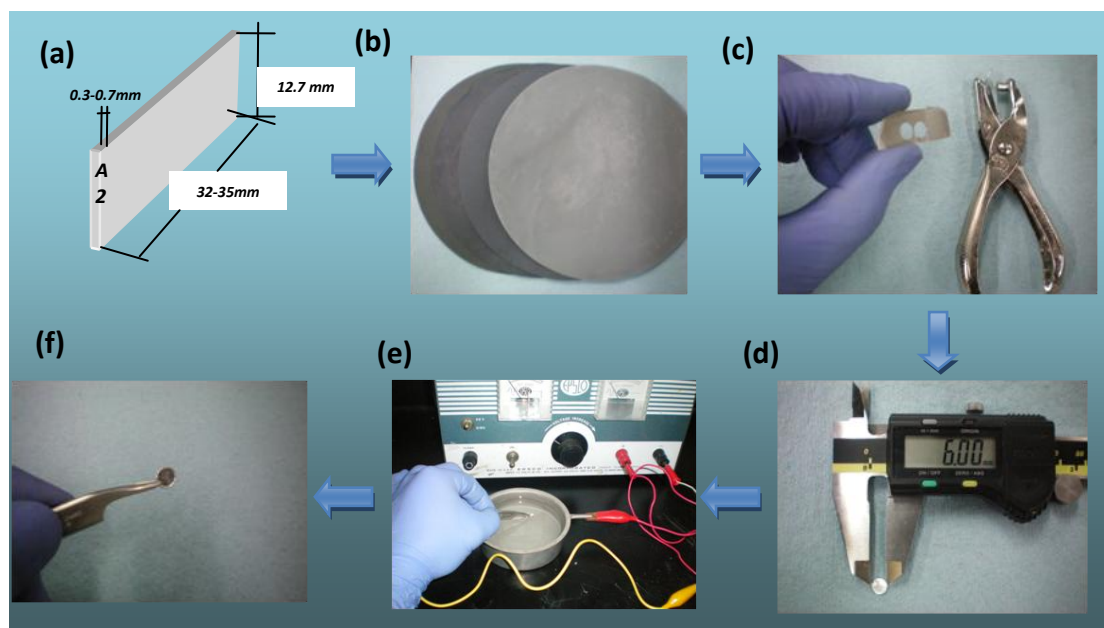


Fig. 2.25 Secuencia experimental de preparación de muestras para DSC

# CAPÍTULO III

## Análisis de Resultados y Discusión

### 3.1 Introducción

Este capítulo presenta todos los resultados de la caracterización mecánica (microdureza, ensayos de tensión), microestructural (microscopía óptica, SEM, TEM) y de análisis térmico (DSC). Las muestras sometidas a las diferentes técnicas de caracterización fueron:

- a) Al6060 estándar (procede de extrusión convencional).
- b) Al6060 con tratamiento térmico de homogenizado.
- c) Al6060 con tratamiento térmico de homogenizado procesado por SPD (ECAP, DECAP, TS-ECAP).
- d) Al6060 con tratamiento térmico de homogenizado procesado las diversas técnicas de SPD más un tratamiento de envejecido.

*El Al6060 presenta los siguientes componentes de aleación (%): 0.36Si, 0.28Fe, 0.039Cu, 0.45Mg, 0.018 Mn, 0.01Cr y 0.026Zn.*

Se muestran los resultados de cada condición, haciendo comparación principalmente entre las técnicas de SPD y a su vez con referencia al Al6060 sin procesar. La sección del material analizada en cada experimento fue la longitudinal enfocándose en la parte central de la misma. (Ver Fig. 3.1)

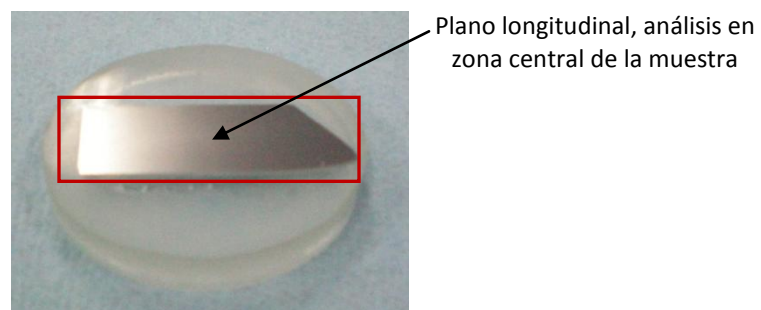


Fig. 3.1 Probeta 4 pases procesada por ECAP

### 3.2 Mapas de Microdureza, Deformación Efectiva y sentido de flujo en Al6060.

#### ➤ ECAP

Los mapas de microdureza se realizaron sobre las muestras deformadas por los tres métodos con sus diferentes pases y solamente promedios de microdureza a las muestras deformadas con el tratamiento térmico de envejecido. Se presentan los resultados por la técnica de ECAP y posteriormente se hace un análisis comparando resultados entre los diferentes métodos tomando como referencia el material sin procesar con tratamiento de homogenizado.

En la figuras 3.2 y 3.3, se presenta la matriz de dureza Vickers en los primeros dos pases de ECAP. En el primer pase se observo un rango de dureza entre 65-95 HV, como se puede apreciar, los valores son más bajos en la parte lateral del material y aumentan hacia la parte central del mismo. En la grafica de un pase se observan las bandas de corte originadas por esfuerzo cortante simple el canal de 90°, se puede decir que la deformación es más efectiva en la parte central del material generando por consecuencia una mayor cantidad de dislocaciones, lo cual favorece el refinamiento de grano y posiblemente mayor dispersión de precipitados, produciendo valores de dureza más altos.

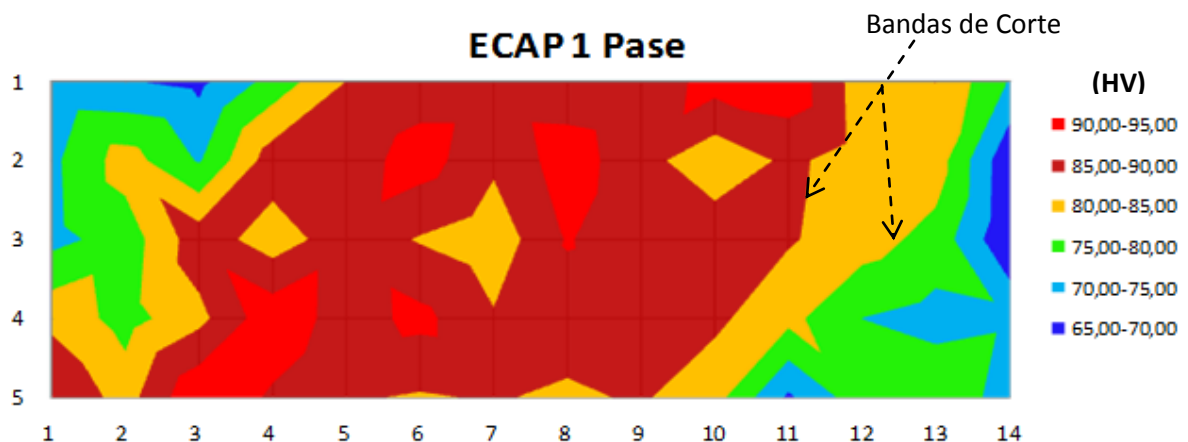


Fig. 3.2 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 1 pase (vista corte longitudinal).

En el pase dos, se tiene un efecto muy parecido al pase uno, de igual manera los valores de microdureza aumentaron hacia el centro del material donde se concentró mayor deformación, sin embargo en el segundo pase incremento la dureza en el rango de 75 a 119 HV.

En los pases 3 y 4 de ECAP que se presentan en la Fig. 3.4 se observa la continuación de la evolución de la microdureza, con valores más altos que el material sin procesar por SPD. En estos pases los rangos de dureza se incrementan (64-112 HV en pase 3 y 74-122 HV en pase 4) debido a la acumulación de la deformación a través de cada pase. Se estima que el nivel de deformación efectiva por pase en ECAP es aproximadamente de 1 (3) (11) (18).

El nivel de dureza en el material se incrementa en las regiones del centro y los valores más bajos se presentan en los extremos laterales tanto derecho como izquierdo. (Ver Figuras 3.3 y 3.4)

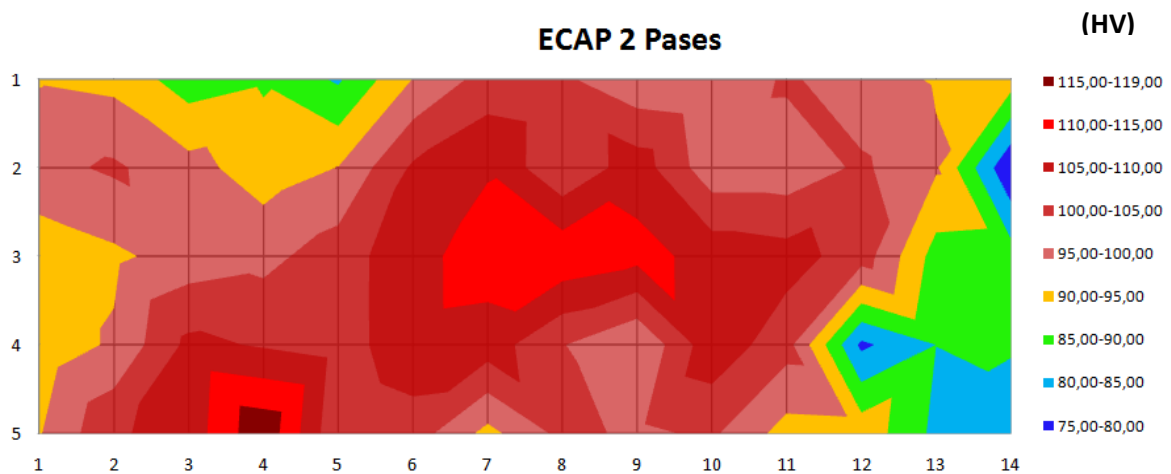


Fig. 3.3 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 2 pases (vista corte longitudinal).

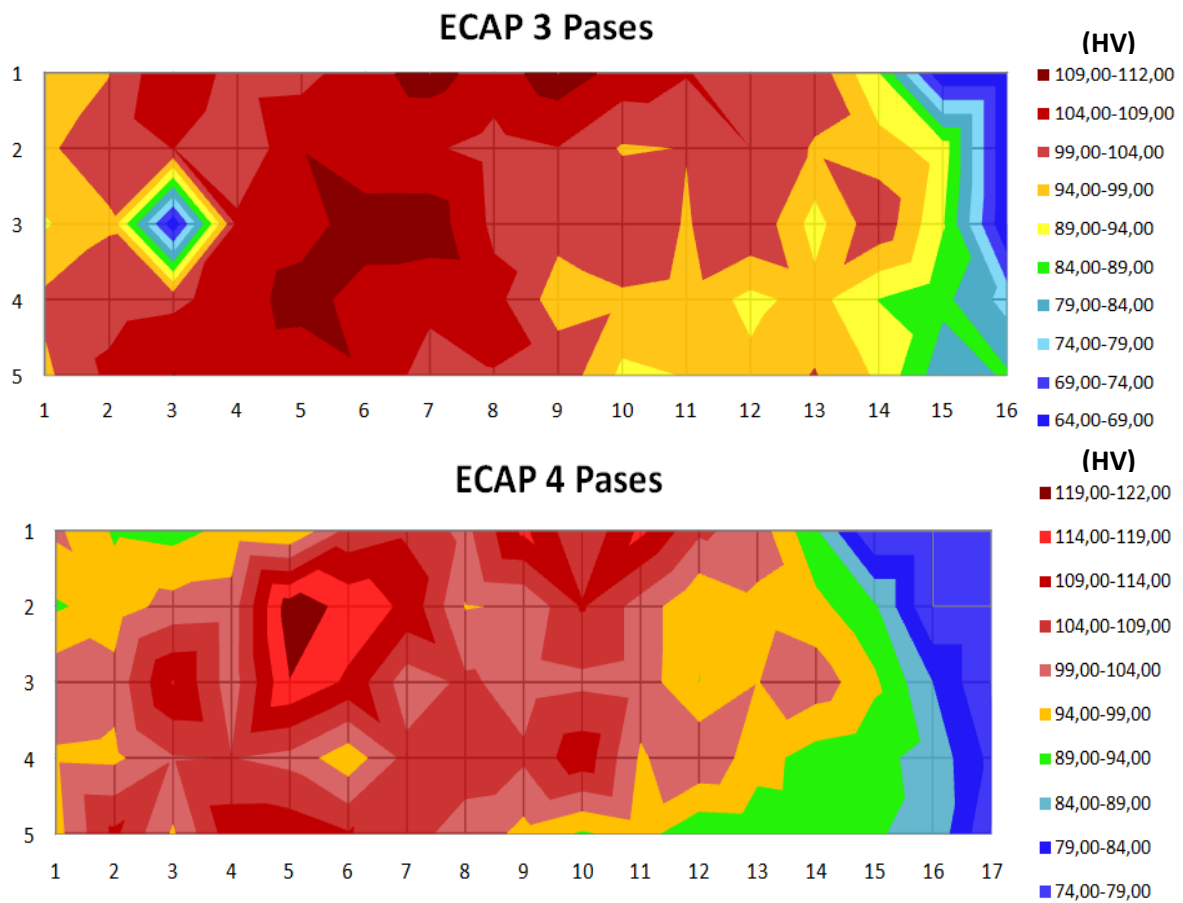


Fig. 3.4 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 3 y 4 pases (vista corte longitudinal).

Conforme incrementa el número de pases, se delimitan claramente diversas zonas presentándose una tendencia a homogenizar una mayor área de la muestra. Los colores van desde azules con valores de dureza más bajos, hasta los colores más cálidos simbolizando mayor deformación efectiva y por consiguiente aumento en la dureza del Al6060.

En los pases 5 y 6 de ECAP se presentan patrones semejantes a los anteriores, valores de dureza bajos circundan a valores de dureza más altos hacia el centro del material, fenómeno que se presentó en todos los pases.

En estos últimos pases los rangos de dureza estuvieron en el orden de 86 a 125 HV para el pases 5 y de 74 a 132 HV para el pase 6. En estas muestras se presentó un agrietamiento visible en la parte superior de la muestra cercana a la zona donde se



empieza a formar el pico como lo observado en la Fig. 2.9 en el capítulo 2. En la Fig. 3.5, ambas matrices presentan mayor acumulación de deformación efectiva en el centro, y se observa la tendencia es a ser homogénea a lo largo de la sección longitudinal del material, a través de los pases la deformación va acumulándose, de acuerdo a la literatura y la ecuación 1 (capítulo 1) la deformación efectiva aproximada es 5 y 6 respectivamente (3) (11) (18) (27).

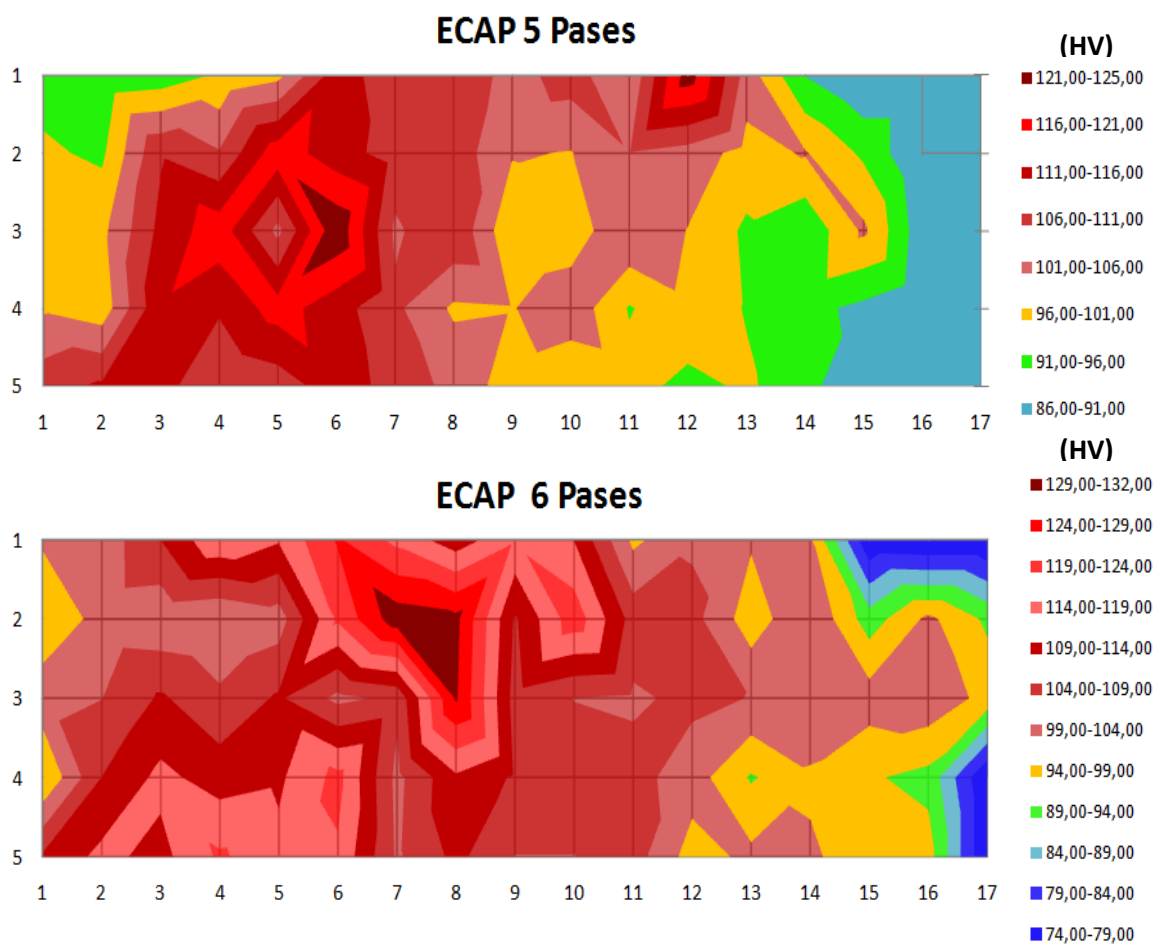


Fig. 3.5 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 5 y 6 pases (vista corte longitudinal).

### ➤ **DECAP**

DECAP presentó durante la extrusión patrones de flujo distintos a los de ECAP, la fotografía de la Fig. 2.12 y la descripción de la dirección de flujo descrita en el capítulo 2, se valida con los mapas de microdureza realizados en el presente método. En esta técnica la dirección del flujo de extrusión es hacia ambos lados del canal, generando mayor deformación hacia estos y hacia la parte inferior extendiéndose hacia una mayor área (Fig. 3.6). Las áreas de menor deformación están en los bordes laterales del corte longitudinal (derecho e izquierdo), así como en la parte superior, también se observó un efecto de repliegue del material al chocar con los extremos del canal, lo cual tiene consecuencia en sus propiedades mecánicas y en la homogeneidad de la muestra. Se observaron patrones de dos líneas de corte una en dirección hacia el lado izquierdo y otra hacia el lado derecho (Figuras 2.12, 3.6 y 3.10.). En este caso los rangos de dureza para un pase van de 67 HV a 110 HV y en el segundo de 77 HV a 115 HV. Una de las principales características es el efecto de las restricciones en el canal de extrusión actuando como una fuerza inversa, sobre la homogeneidad del material procesado, en el pase dos se presenta mayor uniformidad en los valores de dureza de la sección superior de acuerdo al plano longitudinal (Ver Fig. 3.1).

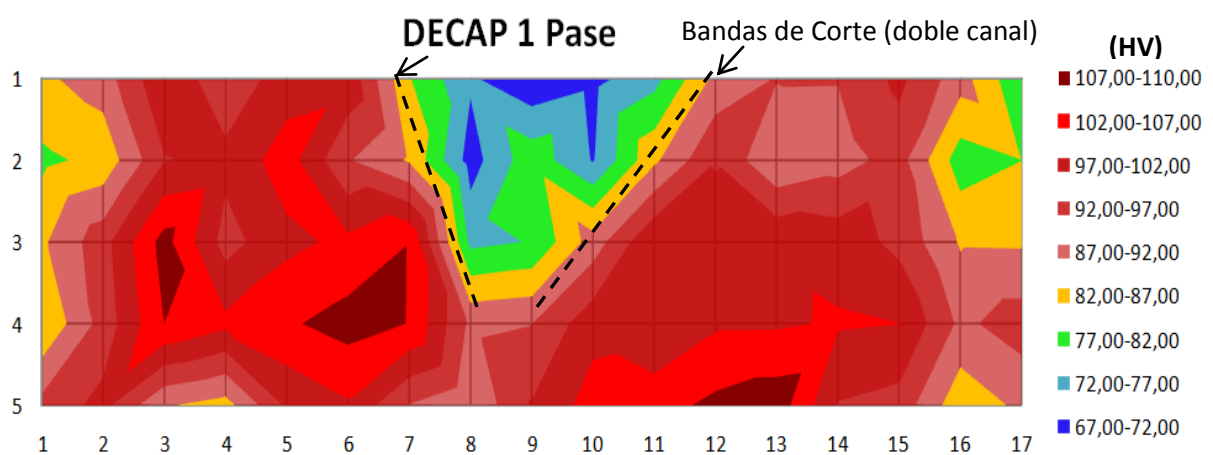


Fig. 3.6 Mapas de microdureza Vickers en DECAP 1 pase (vista corte longitudinal).

En el primer pase la zona central presenta menor deformación por consiguiente menores valores de dureza. De acuerdo a la simulación en Deform 3D<sup>(TM)</sup> (Ver Fig.3.9), se esperaba que fuera muy baja, no se logró debido a que hubo una diferencia en volumen del canal con respecto al volumen de la muestra antes de ser deformada, lo que provocó que el material no chocara de manera efectiva contra las restricciones para llenar completamente la cámara del canal y que la homogeneidad fuera mayor.

A pesar de la zona de baja deformación en el primer pase, se observan dos zonas de mayor uniformidad en la parte inferior del material del plano longitudinal extendiéndose hacia los lados. Esta zona de mayor uniformidad crece en el segundo pase, disminuyendo la zona de baja deformación como se muestra en la Fig. 3.7.

El nivel de menor dureza en los extremos (izquierdo y derecho) puede asociarse a una distribución no homogénea de la deformación por efecto de la fricción.

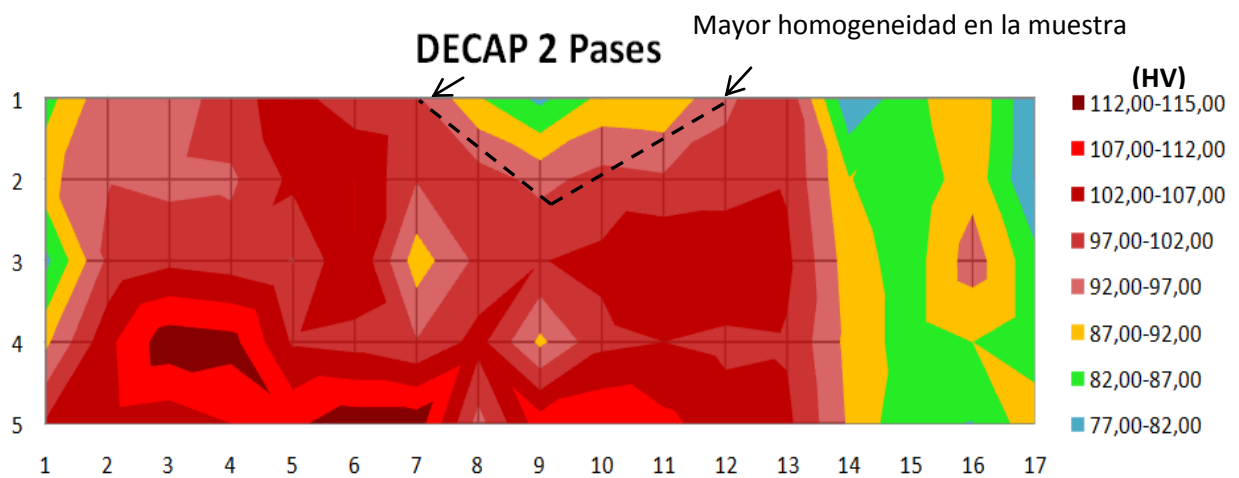


Fig. 3.7 Mapas de microdureza Vickers en DECAP 2 pases (vista corte longitudinal).

### ➤ **TS-ECAP**

En esta tercera técnica los valores de dureza que se obtuvieron para un pase están en el rango de 65 a 105 HV y para dos pases de 80-112 HV. TS-ECAP presenta menor deformación en los laterales y en la parte central superior del plano longitudinal, repitiéndose este patrón en el segundo pase de una manera más suavizada. En la Fig. 3.8 se presenta la matriz de microdureza de ambos pases.

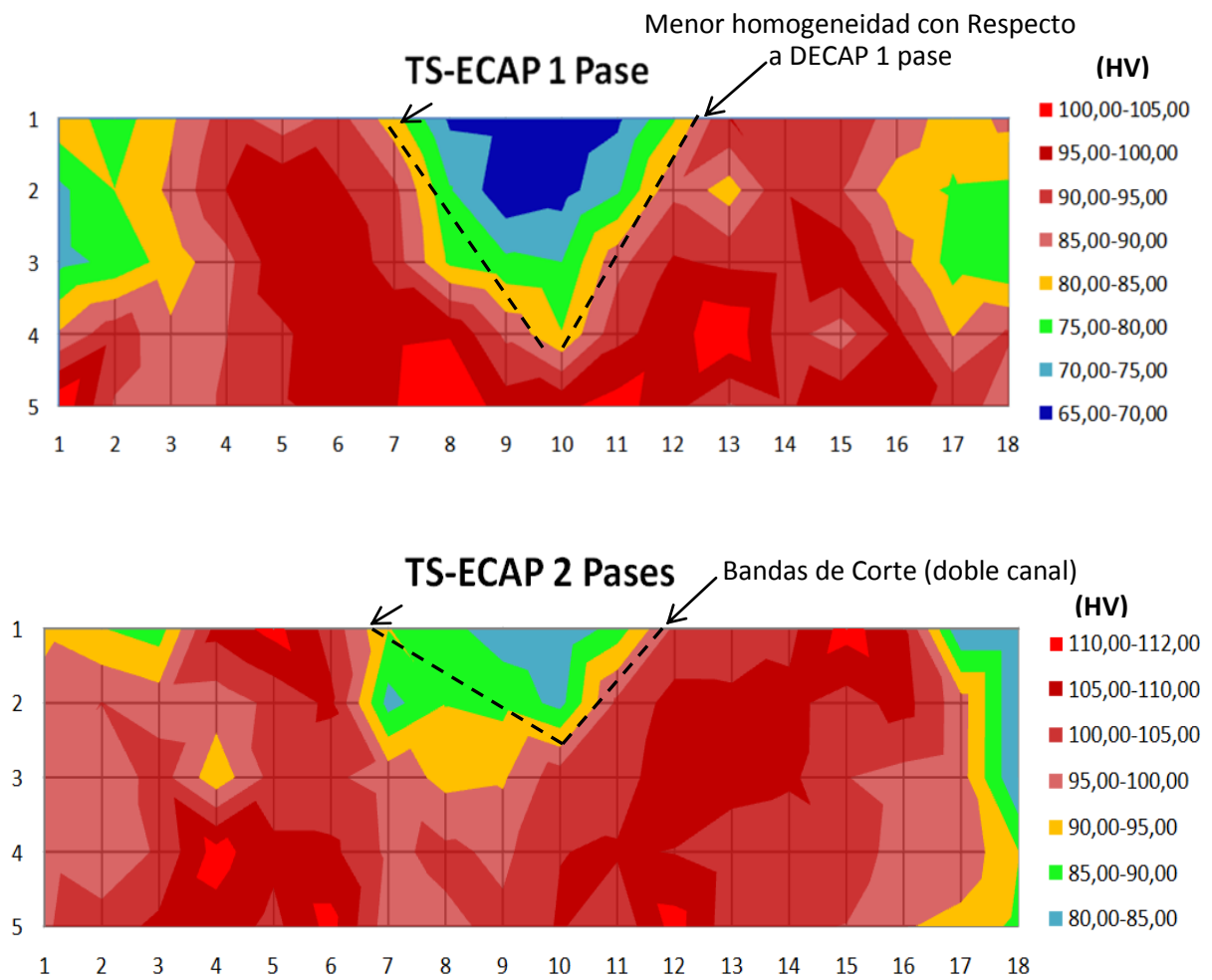


Fig. 3.8 Mapas de microdureza Vickers en TS-ECAP 1 Y 2 pases (vista corte longitudinal).

➤ **Comparación entre técnicas de SPD y su relación con deformación efectiva**

Se compara la distribución de microdurezas en los pases 1 en los tres métodos (figuras 3.2, 3.6 y 3.8), haciendo referencia a los resultados de deformación efectiva realizados en el software de simulación Deform 3D en la figura 3.9 (Simulación de ECAP y DECAP a 1 pase). Como se describió en la experimentación la distancia entre las identaciones es de 2 mm aproximadamente, dejando alrededor de 1.5-2 mm de margen con respecto al borde para empezar la primer indentación.

Según los resultados de la simulación (Figura. 3.9), en ambos métodos se alcanza una deformación efectiva máxima alrededor de 1.5 mm/mm, para un coeficiente de fricción de 0.5. Como se puede observar, la distribución de la deformación tiene relación directa con la distribución de las microdurezas, tanto ECAP como DECAP muestran una distribución muy similar a los resultados de la simulación. En ECAP, la simulación muestra menor deformación en los extremos laterales y mayor deformación en el centro, esto se traduce en mediciones de dureza en mayor dureza en zonas con mayor deformación y menor dureza en zonas de menor deformación. Lo mencionado anteriormente es efectivamente lo que se observó en dichas mediciones, como se presentó en la simulación, los niveles de dureza mas grandes se distribuyen en la parte central del material.

La simulación de DECAP, muestra patrones de deformación distintos, teniendo menor deformación en cierta zona en la parte del centro y ligeramente en los lados, la simulación de la distribución de deformación en este método, presenta mucha similitud con la distribución de los mapas de dureza. En el caso de TS-ECAP se puede esperar un patrón semejante al de DECAP, sólo que en TS-ECAP, se tiene una zona de menor deformación en el centro y en los laterales debido a que el material fluye libremente a ambos lados del canal sin tener ninguna restricción.

Estas zonas de baja y alta deformación encontradas a lo largo de la zona longitudinal del aluminio contribuyen de manera directa en las propiedades mecánicas. La

distribución de la deformación posiblemente es consecuencia de varios elementos como el coeficiente de fricción, la naturaleza de la técnica (geometría del canal y sentido de flujo), el número de pases y ruta de procesamiento, debido a estos factores pueden existir diferencias en los resultados de microdureza, en este caso durante el proceso de ECAP, la muestra fue rotada  $90^\circ$  en el mismo sentido (ruta Bc), mientras que las probetas de DECAP Y TS-ECAP fueron rotadas  $180^\circ$  para el segundo pase (ruta C).

DECAP a un pase es el método que presenta mayor nivel de dureza que las otras técnicas del mismo pase. Sin embargo es un método que desde el punto de vista experimental resulta ser altamente sensible a la relación del volumen del canal de extrusión y el volumen de la muestra, debido a que si hay un cambio en la relación de volumen el experimento no se completará de manera eficiente.

En los siguientes gráficos (Fig. 3.10), se analiza los segundos pases de los tres métodos de SPD. En estos segundos pases la evolución microestructural y el sentido de flujo tiene efecto en la distribución de microdurezas y en los valores de los mismos.

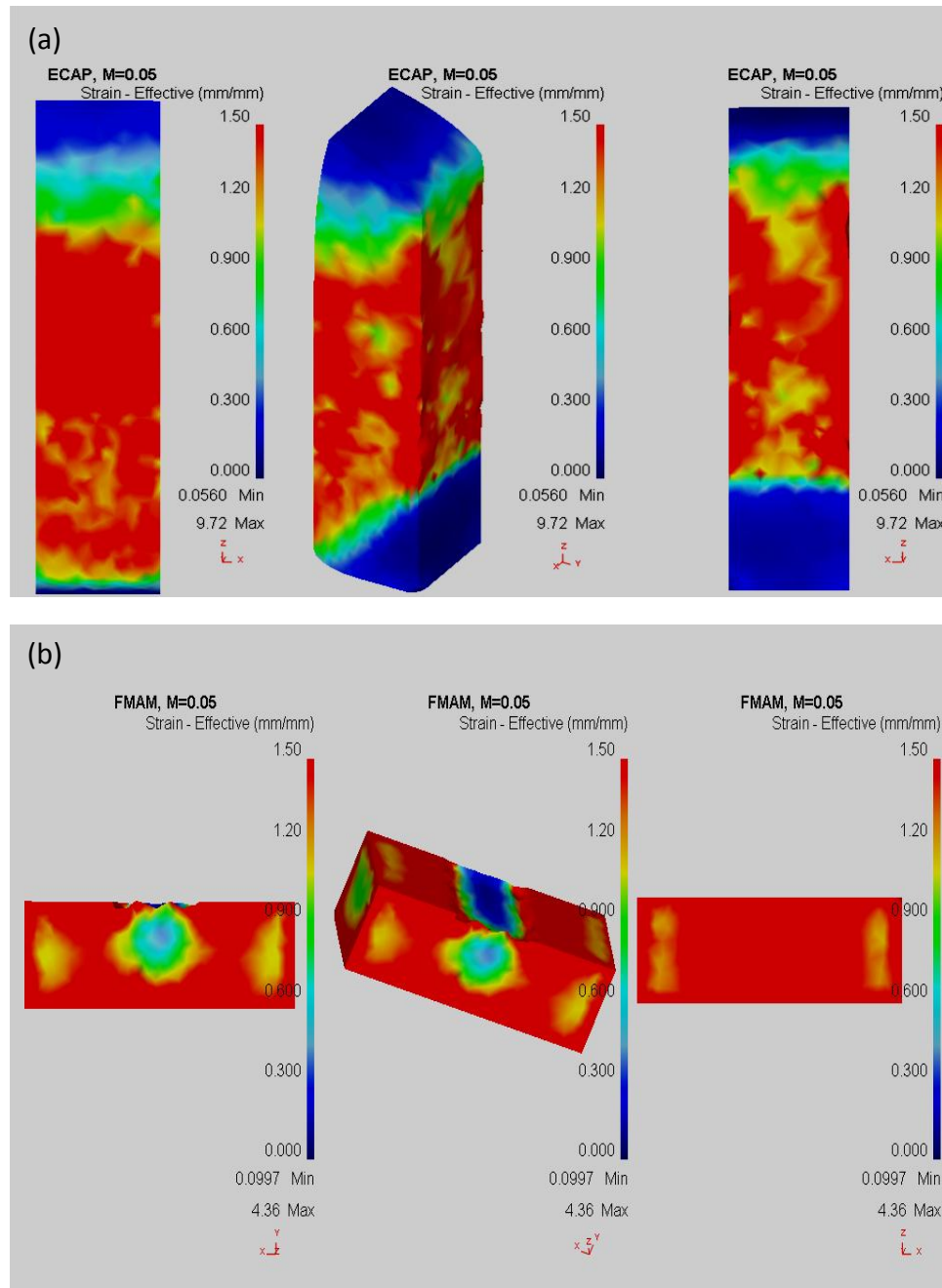


Fig. 3.9 Simulación en Deform 3D, resultados de deformación efectiva (a) ECAP 1 pase y (b) DECAP 1 pase.

En los siguientes gráficos (Fig. 3.10), se analiza los segundos pases de los tres métodos de SPD. En estos segundos pases el sentido de flujo tiene efecto en la distribución de microdurezas y la evolución microestructural.

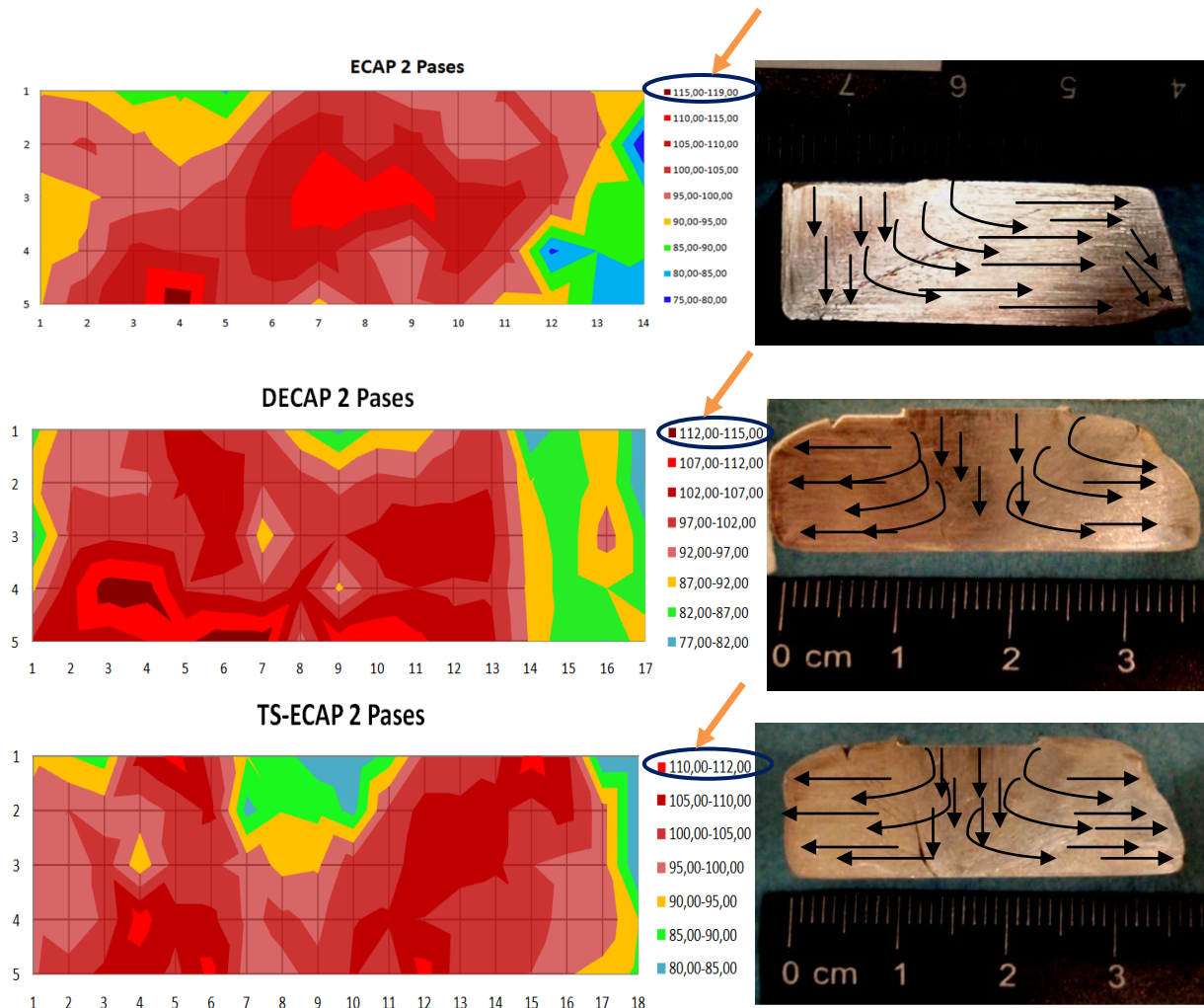


Fig. 3.10 Mapas de microdureza Vickers en ECAP, DECAP, TS-ECAP 2 pases y su relación con el sentido de flujo.



Es de interés observar el sentido de flujo ya que también tiene que ver con la orientación de la microestructura (granos, fases presentes) y esto se relaciona con propiedades mecánicas del material como la resistencia a la tensión.

ECAP Y DECAP, son los métodos que presentaron mayor dureza en el material. ECAP concentra su mayor deformación en el centro mientras que, DECAP y TS-ECAP, en dos planos adyacentes al centro, la parte central en estos últimos dos métodos conduce a una menor dureza debido a una menor concentración en la deformación.

### **3.3 Efecto del tratamiento térmico de envejecido en las técnicas de SPD sobre la dureza.**

A continuación se presentan los resultados de los promedios de microdureza en el Al6060 después de procesarse por SPD con un tratamiento térmico de envejecido. Estos resultados se muestran en función del número de pases, y de la técnica de procesamiento haciendo referencia al material sin ser procesado.

Las graficas de la Fig. 3.11 presentan los resultados de microdureza en las diferentes técnicas con tratamiento de envejecido en las cuales se aprecia una dureza muy similar con respecto a los que no tienen el tratamiento térmico, en función del número de pases. Con este tratamiento de envejecido a una temperatura de 170 °C, por 20 min (15), las propiedades mecánicas, se mantienen e incluso se observa que sobrepasa por algunas cuantas unidades la dureza de las muestras que no fueron sometidas a este tratamiento térmico. Este fenómeno se puede asociar con el efecto de la precipitación provocada por el tratamiento térmico, por otra parte la estabilidad de la microestructura parece mantenerse (15).

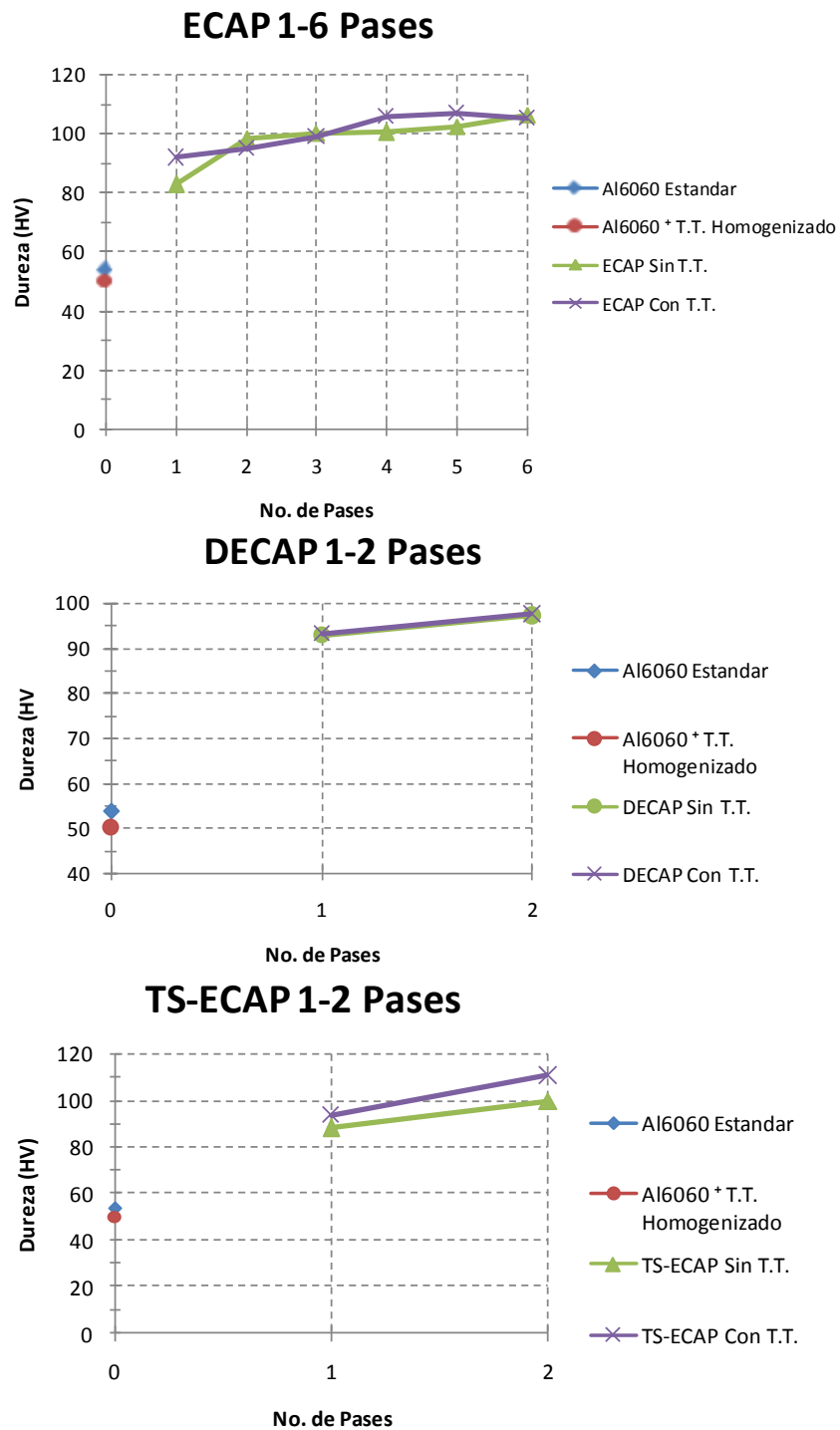


Fig. 3.11 Promedios de microdureza Vickers en ECAP, DECAP, TS-ECAP y efecto del tratamiento térmico de envejecido.

Entre técnicas se observa que los valores promedios de microdureza del primer pase son cercanos entre sí, teniendo el valor más grande DECAP con 92.68 HV siguiendo TS-ECAP con un valor de 88.01 HV y por ultimo ECAP con 82.74, para el segundo pase de cada uno de los métodos la diferencia en los valores de microdureza son aun más cercanos que el primero, todos los métodos están en un rango de 97-99 HV, lo cual hace que se considere prácticamente la misma dureza.

En referencia al material estándar (procede de extrusión convencional) y de inicio (Al6060 + T.T. Homogenizado, antes de procesarse) con respecto al segundo pase en cada técnica, el Al6060 estándar presentó una dureza 53.74 HV y con el tratamiento térmico de homogenizado se redujo a 50.1 HV (material de inicio), esto significa que procesando el material por las cualquiera de las técnicas de Deformación Plástica Severa estudiadas, se tiene un incremento de hasta un 98.86 % en su dureza.

La tabla 3.1 presenta los resultados globales de los promedios de microdureza en ECAP, DECAP y TS-ECAP, con y sin el tratamiento térmico de envejecido, así como las condiciones de inicio en el Al6060.

La tabla 3.2, presenta el incremento de la dureza en porciento de cada técnica con y sin el tratamiento térmico de envejecido, con respecto al Al6060 más el tratamiento térmico de homogenizado.

Se observó que el incremento de dureza en los primeros dos pases de las tres técnicas tiene un incremento mínimo del 65.15 % en ECAP 1 pase sin tratamiento y un máximo de 120.42 % perteneciente a TS-ECAP 2 pases con el tratamiento térmico de envejecido.

También es posible observar una ligera tendencia en el incremento de dureza con el envejecido en todas las técnicas. En cuanto a ECAP el cual fue el método que permitió mayor número de pases, se observa que después del pase 2 ya no existe un incremento considerable como la que se muestra en el material de inicio al primer pase.

Del pase 1 al 6 de ECAP sin T.T. hay un incremento del 46.59 %, mientras que con el envejecido es del 26.75 % y para la misma técnica en los pases 1 al 2 se tiene un incremento del 30.68 % sin T.T. y un 5.85 % con el tratamiento térmico respectivamente. Para DECAP el incremento entre el pase 1 y dos sin T.T. existe un incremento del 8.9 % y un 8.54 % con el pos tratamiento térmico. Por último para TS-ECAP del pase 1 al 2 sin T.T. hay un incremento del 23.19 % y con el tratamiento de envejecido del 33.09 %.

Tabla 3.1 Promedios globales de Microdureza HV en Técnicas de SDP y Material de Referencia

No. De Pases	Al6060 Estandar	Al6060 + T.T. Homogenizado	ECAP		DECAP		TS-ECAP	
			Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.
0	53,74	50,1						
1			82,74	91,82	92,68	93,17	88,01	93,64
2			98,11	94,75	97,14	97,45	99,63	110,43
3			100,06	98,84				
4			100,3	105,78				
5			102,44	106,8				
6			106,08	105,22				

Tabla 3.2 Incremento en Porcentaje de Dureza por Técnicas de SPD con respecto al Material de Inicio

No. De Pases	Al6060 + T.T. Homogenizado	ECAP(%)		DECAP(%)		TS-ECAP(%)	
		Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.
0	50,1 (HV)						
1		65,15	83,27	84,99	85,97	75,67	86,91
2		95,83	89,12	93,89	94,51	98,86	120,42
3		99,72	97,29				
4		100,20	111,14				
5		104,47	113,17				
6		111,74	110,02				

### 3.4 Ensayos de Tensión

En esta sección se presentan las *curvas esfuerzo-deformación ingenieril* de los ensayos de tensión realizados en el Al6060 con tratamiento de homogenizado procesado por las distintas técnicas de SPD.

#### ➤ **ECAP**

La Fig. 3.12 exhibe los gráficos de los ensayos de tensión con y sin el tratamiento térmico de envejecido. Como se puede observar la resistencia mecánica, en general, incrementa en función del número de pases. Esto es debido principalmente al aumento en la densidad de dislocaciones en el material, a un refinamiento del tamaño de grano y una posible redistribución en los precipitados.

La deformación a la fractura para los distintos pases sin el tratamiento térmico se encuentra en un rango de 0.23-0.31 mm/mm, mientras que el rango de deformación a la fractura en las probetas con tratamiento de envejecido después de ser deformadas, es de 0.30-0.35 mm/mm, estos resultados revelan que hay un aumento en ductilidad de un 13 % a un 30 % por efecto del tratamiento.

Es importante mencionar que la resistencia no disminuye con el tratamiento térmico, esta se mantiene y en algunos casos se mejora, como se menciona en el punto 3.3 este fenómeno puede asociarse con la precipitación de partículas finas por efecto del tratamiento (15). Sin embargo en los pases más altos (5 y 6), debido al agrietamiento causado por la acumulación de deformación, dichas graficas no muestran la curva característica esfuerzo-deformación. Aun así en la mayoría de los experimentos se observa el incremento en propiedades mecánicas.

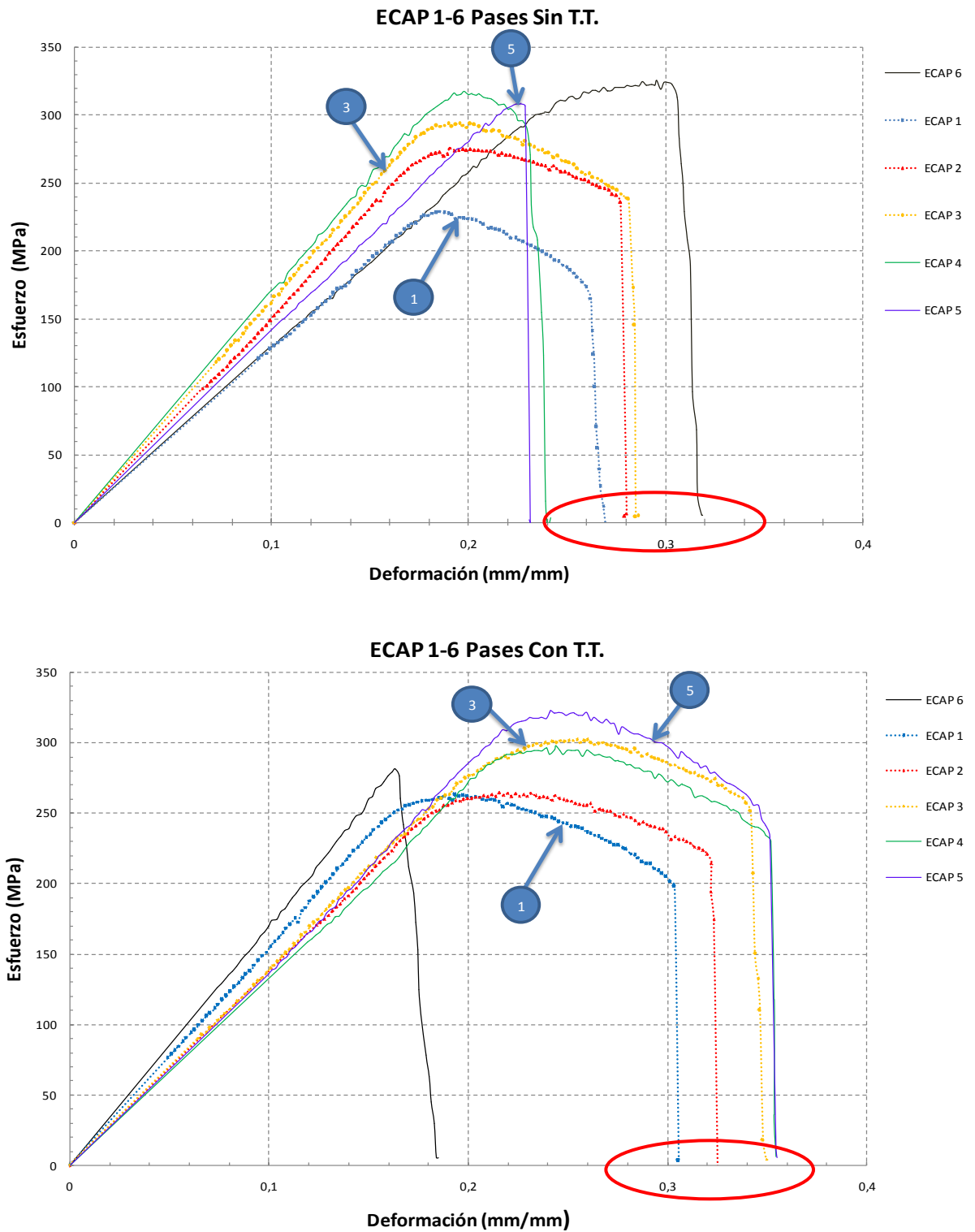


Fig. 3.12 Ensayos de tensión ECAP 1-6 pases con y sin tratamiento de envejecido.

La Fig. 3.13 presenta los esfuerzos máximos alcanzados en el ensayo de tensión en función del número de pases, para el pase uno sin el tratamiento térmico se tiene un  $\sigma_{\max}$  de 229.01 MPa, mientras que para el tercer pase de la misma serie es de 293.55 MPa, existe un incremento del 28.18 % entre la misma técnica solo variando el número de pases y se compara el sexto pase con el primero, se tiene un incremento de 41.95 %, equivalente a 325.09 MPa.

Con el tratamiento térmico, se observa que la resistencia en algunos pases está por encima que los que no tienen tratamiento, lo importante es que la resistencia mecánica en general se mantiene y en algunos casos se presenta una ligera mejora en la dicha propiedad. Es posible que haya más presencia de precipitados por efecto de la temperatura del tratamiento, lo que pudiera intervenir en mantener la resistencia mecánica e inclusive aumentar. Este tipo de tratamiento de envejecido ha sido reportado que es efectivo en mejorar ligeramente la resistencia (15) (28).

Analizando la deformación al esfuerzo máximo sin tratamiento térmico se tiene un valor de 0.1853 en el primer pase, y este aumenta para el segundo pase a un valor de 0.1903, para los pases 3 y 4 se estabiliza sin cambio significativo y nuevamente vuelve aumentar para el pase número 6 hasta un valor de 0.295, del primer al tercer pase hay un incremento del 5.3 %, en tanto que para el pase 6 ya se tienen un incremento del 59.25 %. (Fig. 3.14)

Con los resultados de los ensayos de tensión también se puede observar también que la ductilidad aumenta con el tratamiento térmico. Tomando nuevamente el pase número tres, sin tratamiento, este tiene una elongación al esfuerzo máximo de 0.1952 y con el tratamiento térmico es de 0.2597 esto es un 33 % más dúctil.

En general se esperaba que la tendencia de todas las series fuera el incremento de la ductilidad conforme se pasa a pases más altos, sin embargo la elongación del material con los tratamientos térmicos presenta una caída más pronunciada en los pases 5 y 6

este comportamiento se relacionó con un efecto combinado de la formación de grietas por efecto de la acumulación de deformación y la fricción en el canal de extrusión.

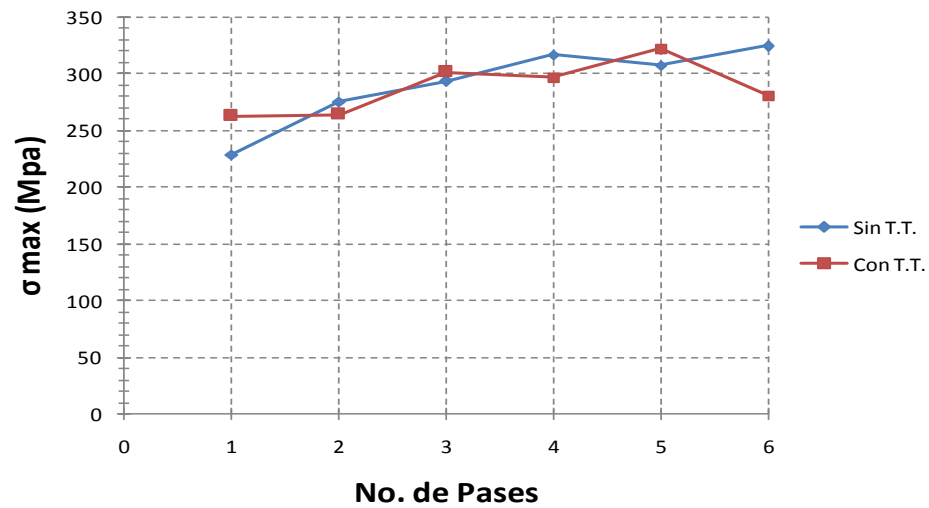


Fig. 3.13 Esfuerzo máximo producido por ECAP en función del no de pases y efecto del tratamiento térmico de envejecido.

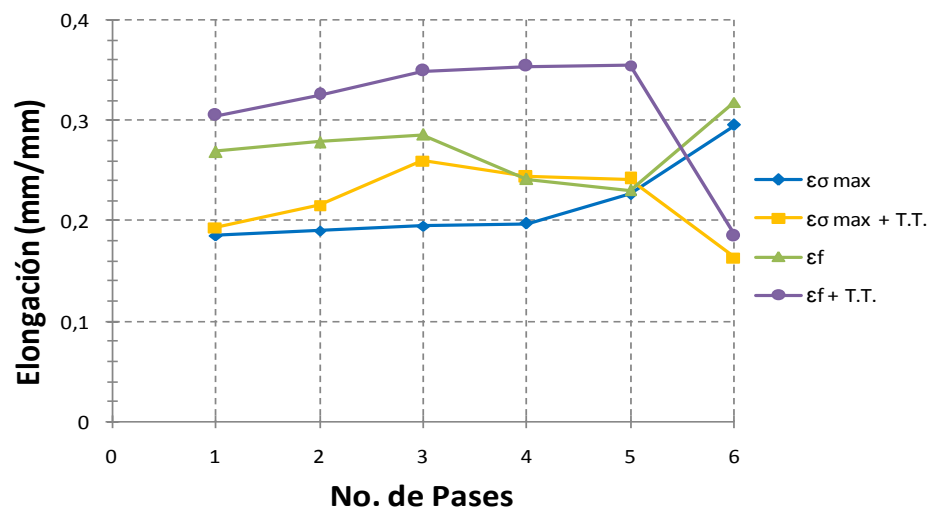


Fig. 3.14 Ductilidad en función del número de pases y efecto del tratamiento térmico de envejecido en ECAP.



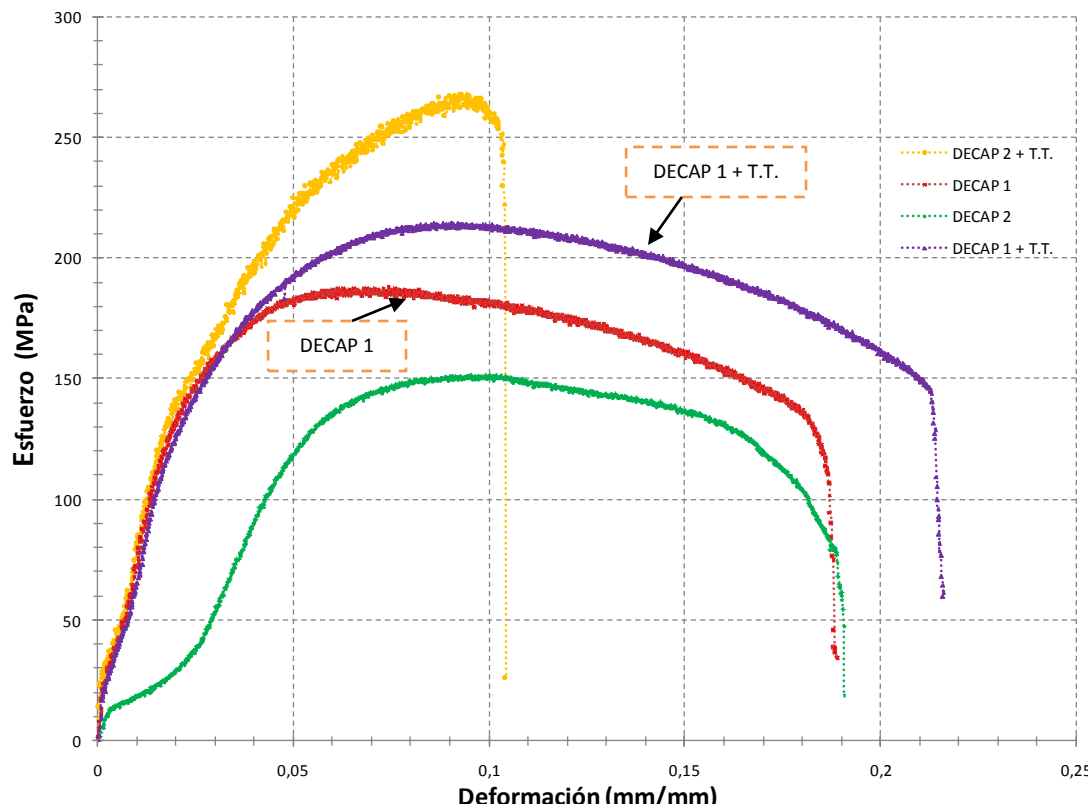
➤ **DECAP**

Fig. 3.15 Ensayos de tensión DECAP 1-2 pases con y sin tratamiento de envejecido.

En la Fig. 3.15 se presentan los resultados de los ensayos de tensión del método DECAP. En la figura anterior se tienen las curvas de los pases 1 y 2 con y sin el tratamiento térmico de envejecido, esta técnica genera una deformación en el rango de 0.18 a 0.21 mm/mm, cabe mencionar que solo se llegó a dar un segundo pase en este método debido a la aparición de grietas, las cuales se pueden asociar con la gran deformación impuesta por este método (esfuerzos cortantes) y el coeficiente de fricción. DECAP dos pases, está por debajo al de un pase, cuando se esperaría que superara este valor, como se muestra en la curva de DECAP 2 pases más el tratamiento térmico que presenta un valor más alto en resistencia sin embargo poca deformación, posiblemente debido al agrietamiento.

Los ensayos que no se vieron afectados por este fenómeno fueron ambas curvas de DECAP 1 pase.

En el primer pase sin el tratamiento se alcanza un esfuerzo máximo de 187.68 MPa y aumenta ligeramente a 214.51 MPa equivalente un 14.29 %. Del primer pase con tratamiento al segundo pase con la misma condición existe un incremento del 24.85 % equivalente 267.82 MPa cuyo valor es el más alto producido por esta técnica de deformación, aunque como ya se menciona se vio afectado por la presencia de grietas. Para el segundo pase sin tratamiento cae la resistencia lo cual también se asoció con la formación de grietas en el material, causa principal de solo dar dos pases en esta técnica.

El rango de deformación está entre 0.074 a 0.21 mm/mm. Analizando el pase número 1, cuyos resultados en la curva esfuerzo-deformación no fueron afectados por la formación de grietas, la deformación a la fractura en el material sin el tratamiento térmico es de 0.188 y aumenta con el tratamiento de envejecido a 0.2159 equivalente a un 14.84 %, también se observa en el pase 1 y 2 con tratamiento térmico que la ductilidad disminuye drásticamente.

Tabla. 3.3 Valores de esfuerzo y deformación en DECAP 1-2 pases.

No. De pases	$\sigma_{\max}$ (Mpa)		Deformación al $\sigma_{\max}$ (mm/mm)		Deformación a la Fractura (mm/mm)	
	Sin T.T.	Con T.T.	$\epsilon_{\sigma_{\max}}$	$\epsilon_{\sigma_{\max} + T.T.}$	$\epsilon_f$	$\epsilon_f + T.T.$
1	187,684	214,512	0,074	0,091	0,189	0,216
2	151,603	267,826	0,100	0,094	0,191	0,104

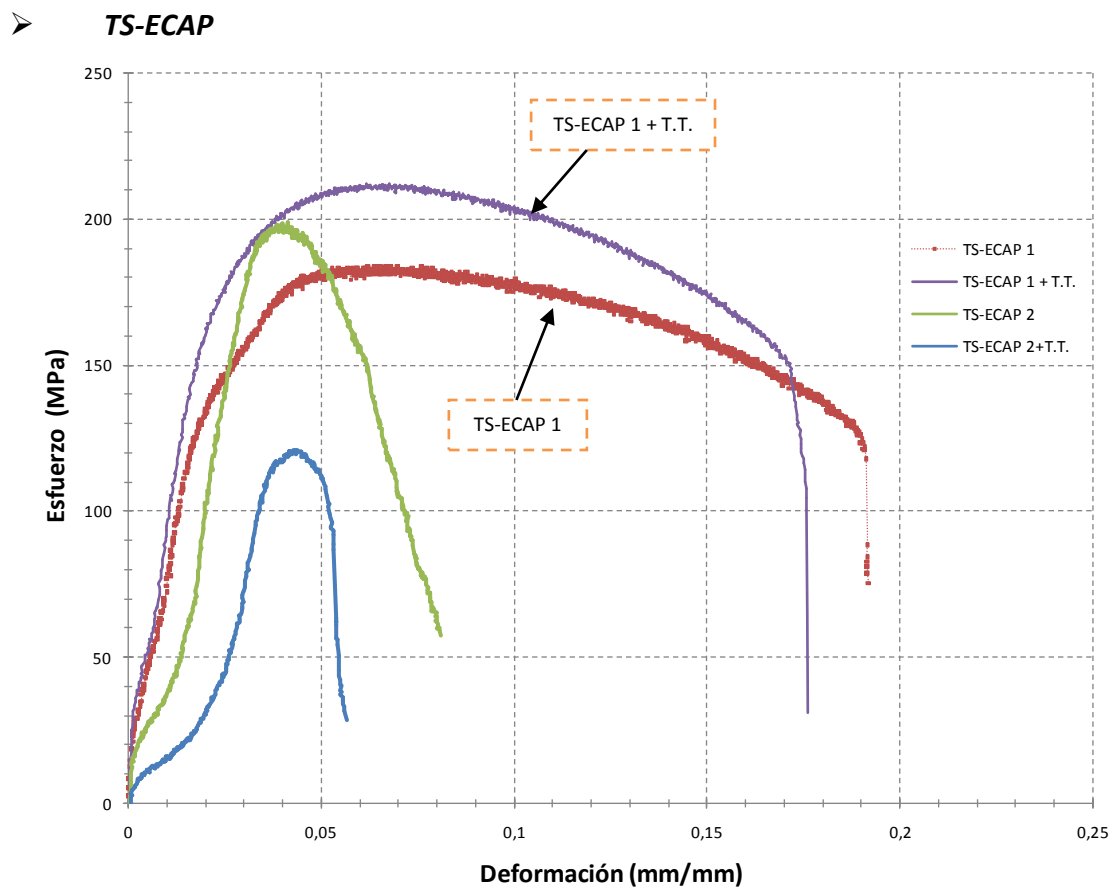


Fig. 3.16 Ensayos de tensión TS-ECAP 1-2 pases con y sin tratamiento de envejecido.

En este método al igual que en DECAP, el segundo pase fue afectado por la formación de grietas en el material, como ya se ha mencionado anteriormente. En la Fig. 3.16 también se observa en el pase número dos disminuyen las propiedades mecánicas. Para ambas condiciones del primer pase se tiene un rango en deformación de 0.176 a 0.191 mm/mm. La curva del primer pase con el tratamiento aumenta la resistencia a la tensión sin embargo disminuye la ductilidad, caso contrario a la tendencia que se presenta con el tratamiento térmico en las técnicas anteriores.

En la técnica de TS-ECAP para un pase, se alcanzó un esfuerzo máximo de 212.28 MPa en el material tratado térmicamente, el cual es un 15.32 %, mayor que la resistencia del material sin tratamiento de envejecido. En cuanto a la elongación a la fractura ( $\epsilon_f$ ),

presentó una caída considerada mínima con el tratamiento (0.19 a 0.17 mm/mm), por lo que se puede decir que esta se mantiene estable al igual que los valores en la elongación al esfuerzo máximo ( $\epsilon_{\sigma_{\max}} = 0.065$  mm/m)

Tabla. 3.4 Valores de esfuerzo y deformación en TS-ECAP 1-2 pases.

No. De pases	$\sigma_{\max}$ (Mpa)		Deformación al $\sigma_{\max}$ (mm/mm)		Deformación a la Fractura (mm/mm)	
	Sin T.T.	Con T.T.	$\epsilon_{\sigma_{\max}}$	$\epsilon_{\sigma_{\max}} + T.T.$	$\epsilon_f$	$\epsilon_f + T.T.$
1	184,047	212,284	0,066	0,068	0,192	0,176
2	198,957	120,916	0,041	0,044	0,081	0,056

### 3.4.1 Comparación de propiedades mecánicas en técnicas de SPD, con referencia al AL6060 con tratamiento de Homogenizado.

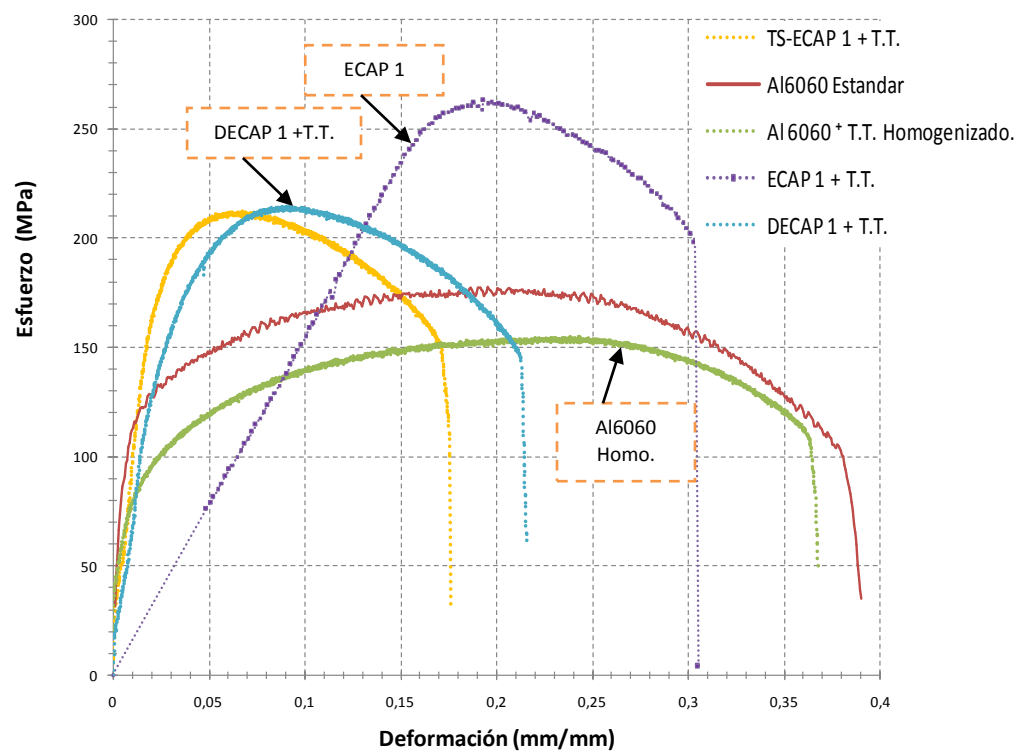


Fig. 3.17 Grafica comparativa entre técnicas de SPD con tratamiento de envejecido con respecto al Al6060 homogenizado sin procesar.

En la Fig. 3.17 se aprecia notablemente el efecto de la técnica de deformación plástica severa en la relación esfuerzo-deformación.

Como se observa el aluminio estándar (procedente de extrusión convencional) sometido al tratamiento de homogenizado, reduce su resistencia máxima y también su elongación a la fractura, el primer pase por TS-ECAP hay un amplio rango de diferencia en su resistencia máxima y una pérdida de ductilidad en esta técnica, un efecto similar sucede con DECAP 1 pase sin embargo tiene menor pérdida de elongación, que probablemente se asocia al efecto de restricción en el dado, la muestra de un pase procesada por ECAP, presenta mayor diferencia de su resistencia máxima en comparación del Al6060 sin procesar y también superior entre técnicas de deformación (DECAP, TS-ECAP), sin perder tanta ductilidad.

El Al6060 estándar y Al6060 con el tratamiento térmico de homogenizado presentan una resistencia máxima aproximada de 154.86 MPa. La resistencia del primer pase en DECAP y TS-ECAP es similar, para ambas técnicas se presenta un incremento de 38.5 %, que equivale a 214.51 MPa con referencia al material sin procesar. La técnica de ECAP 1 presenta un aumento del 69.85 %, equivalente a 263.04 MPa, esta técnica presenta la mejor relación esfuerzo-deformación, seguida por DECAP con respecto al aluminio con el homogenizado antes de ser procesado.

La elongación a la fractura para las diferentes condiciones, se aprecia que tanto el aluminio estándar y el homogenizado presentan mayor deformación, sin embargo como se observó en la Fig. 3.17, tiene menor resistencia. Tomando como referencia el aluminio con el homogenizado se tiene un valor de elongación de 0.3679 mm/mm, comparando TS-ECAP que fue el método que obtuvo menor deformación en el material presentando una reducción equivalente a 0.1761 mm/mm, DECAP presento una disminución equivalente a 0.2159 mm/mm, siendo ECAP el método obtuvo la menor pérdida de ductilidad con una reducción del 17.01 %.

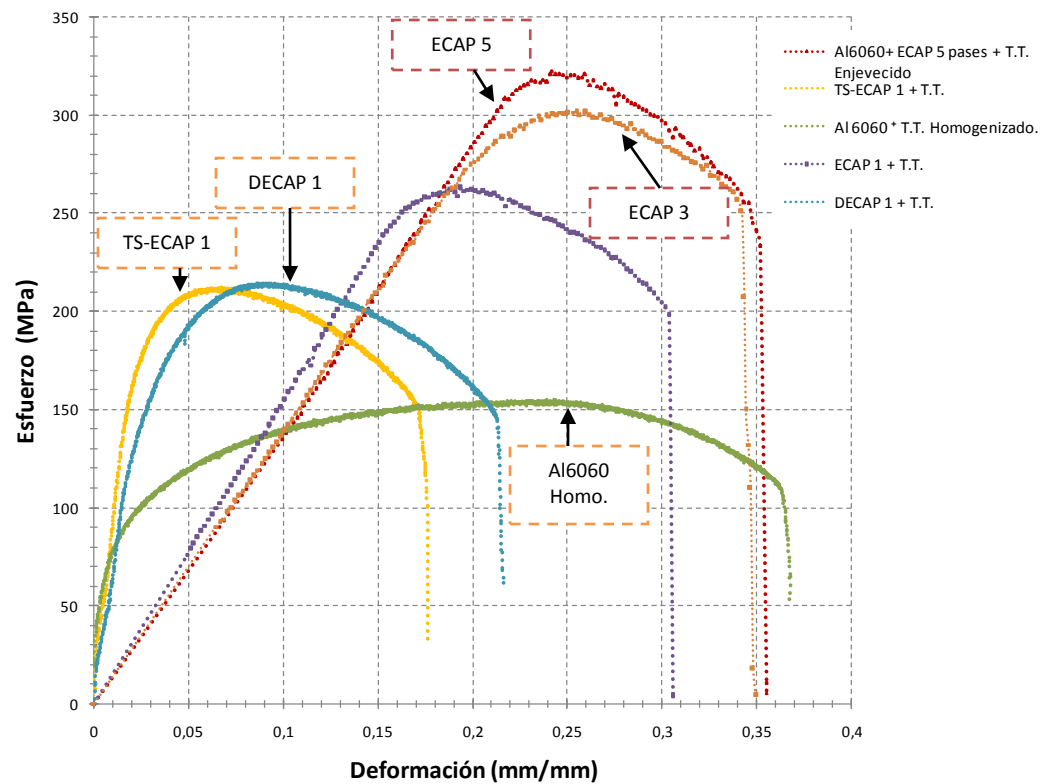


Fig. 3.18 Curvas con mejor relación esfuerzo-deformación por técnicas de SDP, en comparación con el Al6060 homogenizado.

En la Fig. 3.18, el pase cinco de ECAP desarrollo a un esfuerzo máximo de tensión en el material de 322.823 MPa, lo cual es un 108.45 % mayor al esfuerzo del aluminio homogenizado antes de ser procesado y una deformación de 0.3548 mm/mm, lo cual equivale a una reducción en la elongación a la fractura del 3.56 % con respecto al material sin procesar. ECAP es superior en un 50.49 % en su resistencia máxima y un 64.33 % en su ductilidad con respecto a DECAP y TS-ECAP 1 pase.

**Tabla 3.5 Incremento del esfuerzo máximo en técnicas de SPD, con referencia al Al6060 homogenizado sin procesar.**

No. De Pases	Al6060 + T.T. Homogenizado	ECAP(%)		DECAP(%)		TS-ECAP(%)	
		Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.
0	154,866 (Mpa)						
1		47,88	69,86	21,19	38,51	18,84	37,08
2		78,10	70,68	-2,11	72,94	28,47	-21,92
3		89,55	94,91				
4		104,88	92,07				
5		99,03	108,45				
6		109,92	81,47				

(+) Incremento del Esfuerzo Máximo

(-) Disminución del Esfuerzo Máximo

**Tabla 3.6 Ductilidad en el esfuerzo máximo en técnicas de SPD, con referencia al Al6060 homogenizado sin procesar.**

No. De Pases	Al6060 + T.T. Homogenizado	ECAP(%)		DECAP(%)		TS-ECAP(%)	
		Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.
0	0,243 (mm/mm)						
1		-23,73	-20,39	-69,43	-62,75	-72,87	-72,20
2		-21,66	-11,19	-58,75	-61,25	-83,07	-81,95
3		-19,66	6,89				
4		-18,72	0,32				
5		-6,77	-0,66				
6		21,46	-32,73				

(+) Incremento de la Ductilidad

(-) Disminución de la Ductilidad

**Tabla 3.7 Ductilidad en la fractura en técnicas de SPD, con referencia al Al6060 homogenizado sin procesar.**

No. De Pases	Al6060 + T.T. Homogenizado	ECAP(%)		DECAP(%)		TS-ECAP(%)	
		Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.	Sin T.T.	Con T.T.
0	0,368(mm/mm)						
1		-26,85	-17,02	-48,65	-41,31	-47,85	-52,14
2		-24,26	-11,52	-48,19	-71,66	-78,03	-84,65
3		-22,32	-4,98				
4		-34,41	-3,71				
5		-37,36	-3,56				
6		-13,47	-49,66				

(+) Incremento de la Ductilidad

(-) Disminución de la Ductilidad

De acuerdo a las Tablas 3.5-3.7, la técnica ECAP en los pases 4 y 5 muestran mejor relación resistencia-ductilidad, la técnica TS-ECAP 2 pases presenta disminución en resistencia y ductilidad en comparación con el Al6060 homogenizado sin procesar.

### 3.5 Microscopia óptica (análisis microestructural)

#### 3.5.1 Al6060 estándar y Al6060 con tratamiento térmico de homogenizado

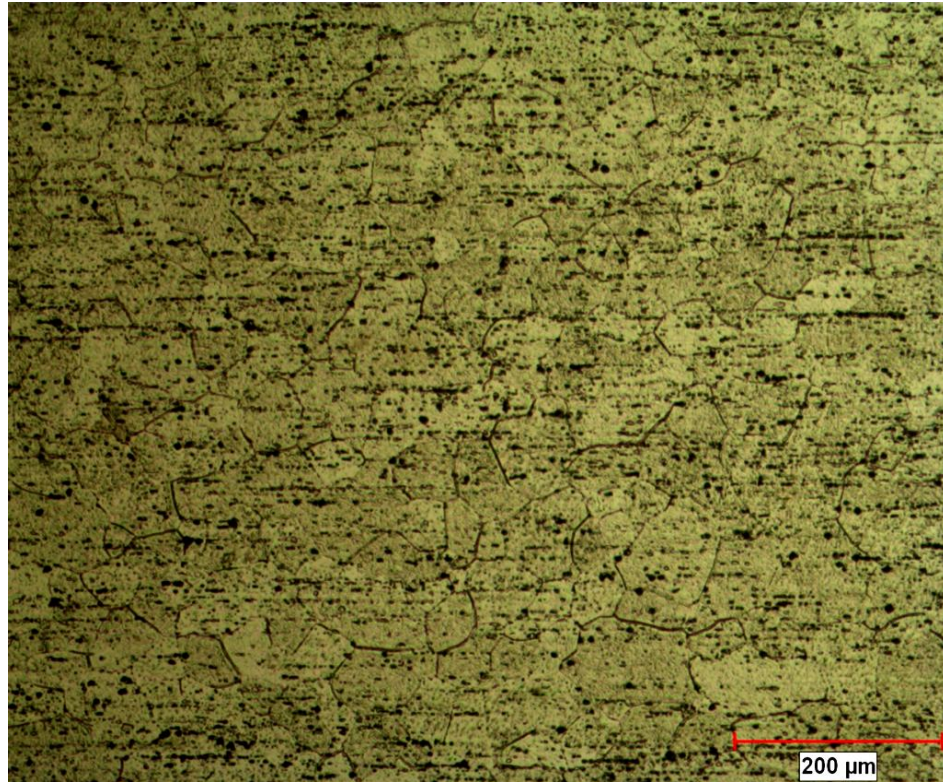


Fig. 3.19 Micrografía Al6060 estándar (microestructura original).

En la micrografía de la Fig. 3.19 se observa la microestructura del aluminio 6060 extruido por métodos convencionales, se aprecian los límites de grano considerando estos como tamaño de grano grueso, también se aprecian los precipitados alineados en el sentido de la extrusión, los principales componentes de esta aleación son los elementos Al-Mg-Si y sus fases presentes más relevantes son  $\alpha$  y  $\beta$ .

El tamaño de grano promedio antes de someterse a deformación plástica severa fue estimado mediante un analizador de imágenes dando como resultado un tamaño



promedio de  $47.87 \mu\text{m}$ , el cual servirá de base para ver el grado de refinamiento al ser procesado por las diversas técnicas de deformación.

La Fig. 3.20 presenta la microestructura del Al6060, después de un tratamiento térmico de homogenizado ( $530^\circ\text{C}$ , 2 hrs). Al observar la microestructura aparentemente no se aprecia con cambios significativos, tanto los límites de grano como las fases presentes son muy similares a la micrografía de la Fig. 3.19. Sin embargo el tamaño de grano estimado tiene un promedio de  $60 \mu\text{m}$  este tamaño es más grande con respecto al aluminio sin el homogenizado, además su dureza bajo como se presento en los resultados de microdureza.

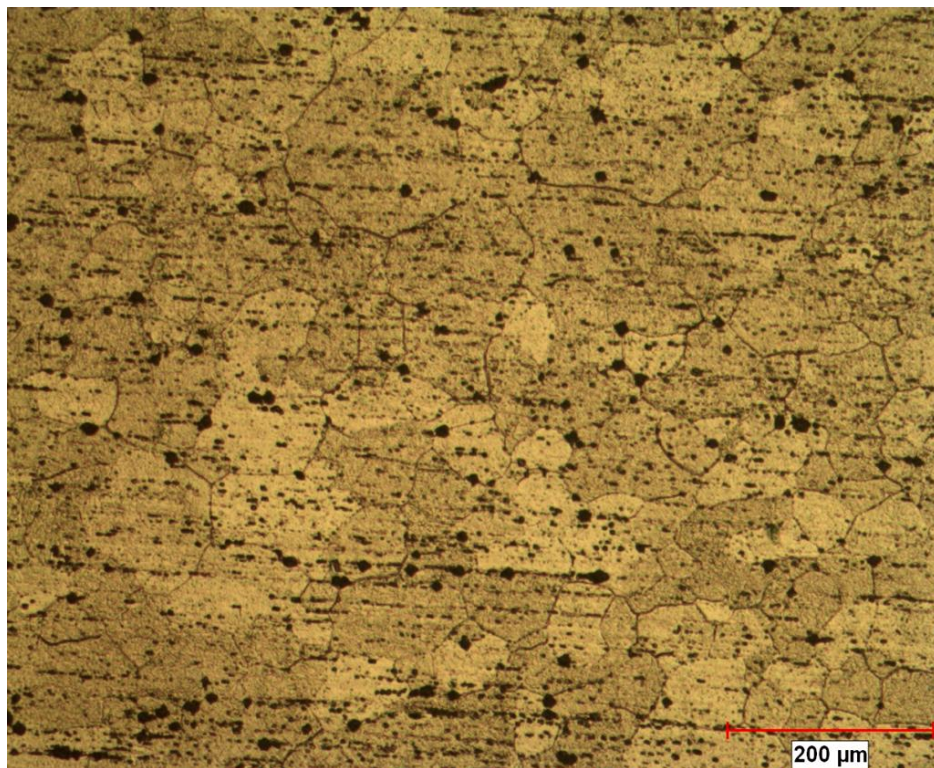


Fig. 3.20 Micrografía Al6060, T.T.  $530^\circ\text{C}$ , 2 hrs. Enfriado en agua (microestructura inicial antes del procesamiento por técnicas de SPD).

Las micrografías anteriores (fig. 3.19 y 3.20) servirán de referencia para comparar el efecto de las técnicas de deformación plástica severa en la microestructura del Al6060 la cual propician un efecto directo en las propiedades mecánicas (dureza, resistencia a

la tensión), además de comparar la microestructura en cuanto al grado de refinamiento en tamaño de grano debido a los pases de extrusión en cada técnica.

### **3.5.2 Inicio de la evolución microestructural por técnicas de SPD (ECAP, DECAP, TS-ECAP).**

A continuación se exhiben imágenes de las microestructuras en cada técnica estudiada (ECAP, DECAP y TS-ECAP) en relación al sentido de flujo producido por la naturaleza de cada técnica, el nivel de deformación y la orientación de los granos en diferentes regiones de la probeta.

La microestructura del aluminio antes de ser deformada, cambia al primer pase por las técnicas de SPD, empezando así etapas de cambios microestructurales por efecto de la deformación en cada pase.

Para el primer pase por ECAP, las micrografías presentadas en la Fig. 3.21, se observaron arreglos de granos largos con posibles subgranos. Estos granos son alargados y yacen en estructuras agrupadas, con las bandas de subgranos orientadas esencialmente paralelas a las superficies superior e inferior sobre el plano en el corte longitudinal. Cada pase a través del dado introduce al material una deformación plástica muy intensa, con un incremento en la deformación verdadera de 1 como se menciono previamente (18).

La microestructura de la sección (a) en la Figura 3.21, presenta una microestructura semejante a la original con poca deformación y por tanto un tamaño de grano sin gran refinamiento, conforme se avanza hacia la banda de corte se obtuvo el arreglo de granos largos como se exhibe en la micrografía (b), se observa también que la apariencia de los granos cambió conforme se analiza el sentido de flujo, se tiene relativamente una buena homogeneidad en este método.

Esta microestructura en ECAP un pase, se relaciona con el aumento del 65 % en las propiedades mecánicas (dureza, resistencia a la tensión).

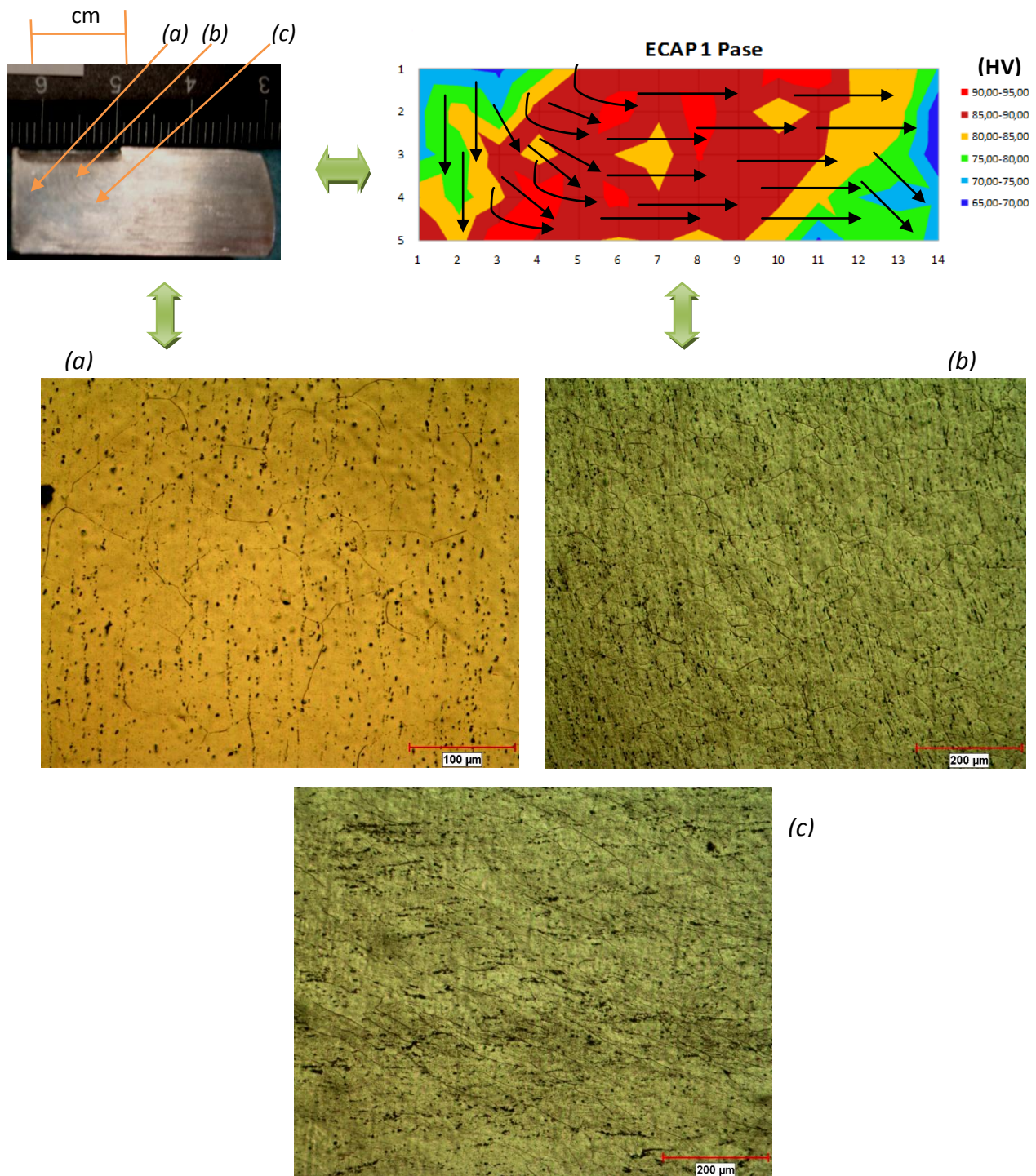


Fig. 3.21 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por ECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión.



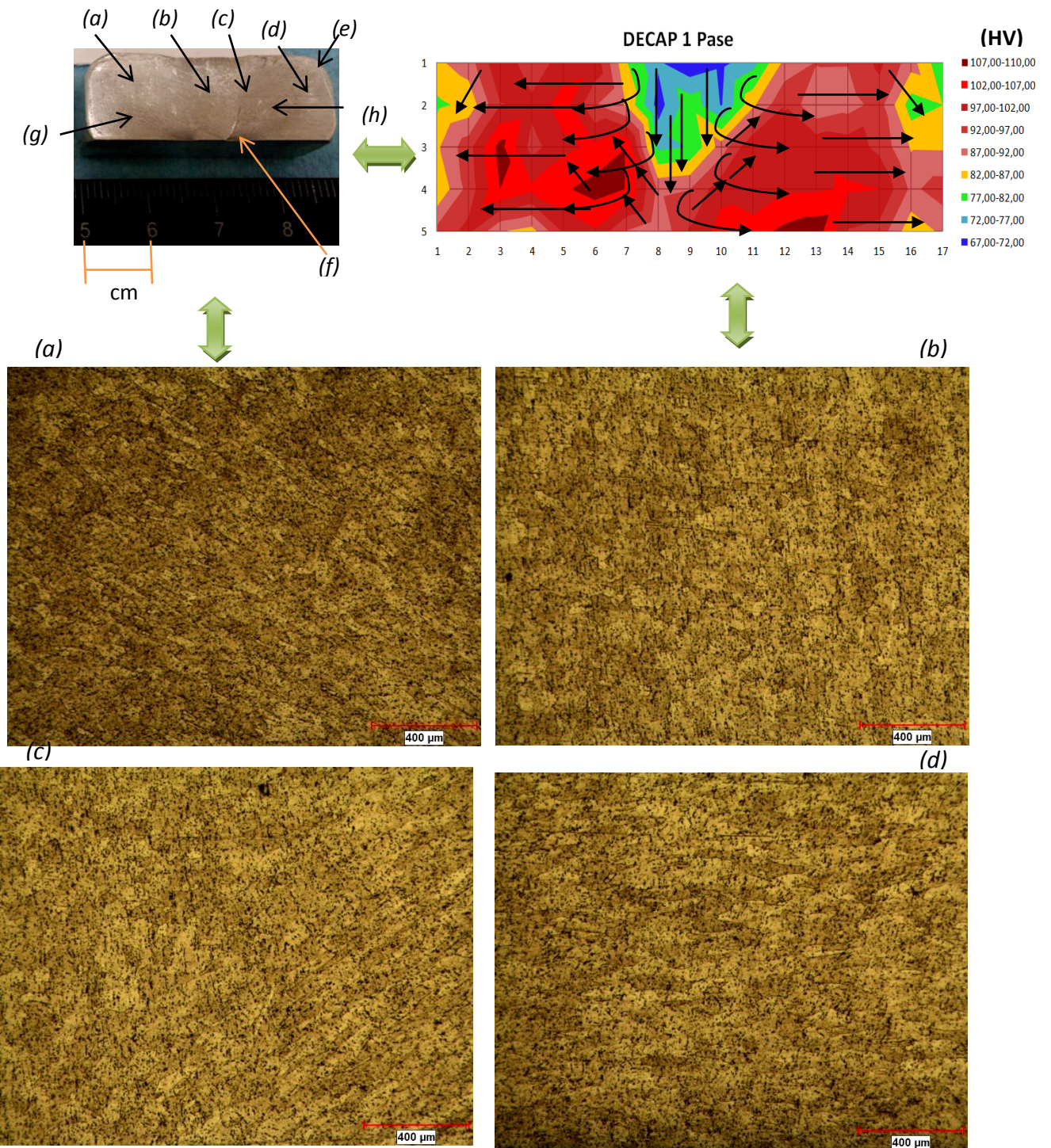
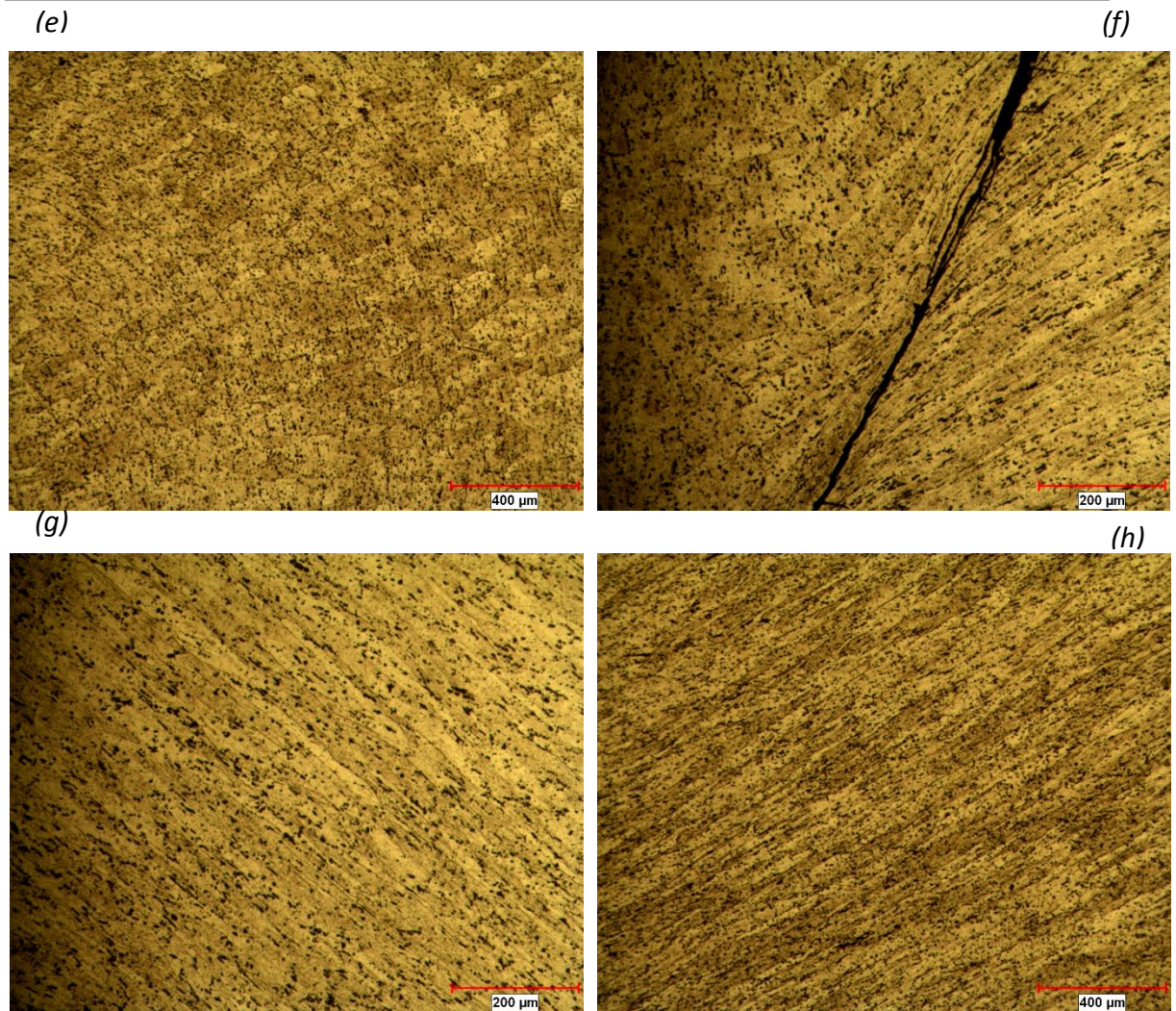


Figura 3.22 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por DECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión.





Continuación de Fig.3.22 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por DECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión.

En DECAP 1 pase se tienen diferentes tipos de orientación a los que se presentan en ECAP, esta cambia por el efecto de las bandas de corte, en esta técnica también se obtuvieron arreglos de granos alargados con posibles subgranos, los cuales se pueden apreciar en las micrografías (g) y (h).

En la distribución de los mapas de dureza, DECAP tiene buena homogeneidad pero distribuida en distinta forma que ECAP, el efecto de las restricciones en el dado no fue del todo eficiente debido a lo crítico de la relación  $V_m/V_c$  (Volumen de la muestra/Volumen del canal) lo cual promovió zonas de mayor heterogeneidad.

En la Fig. 3.23 se presentan las micrografías de TS-ECAP a un pase, en esta es posible observar granos alargados y en algunas regiones elevada distorsión de la microestructura. En los métodos de deformación plástica severa se exhiben mecanismos de deformación basados principalmente en la descomposición de los granos por la acumulación de dislocaciones para después reorganizarse (29).

De acuerdo a la literatura, se han mostrado en otras investigaciones que las temperaturas alcanzadas en el dado de salida por los sistemas de extrusión causan recristalización dinámica y crecimiento de grano (30). En este trabajo no se estudian dichos fenómenos, sin embargo se considera importante mencionarlos y de interés para indagar sobre estos temas en trabajos futuros.

Durante el primer pase del material por estas técnicas se genera suficiente deformación cortante simple, iniciando así un incremento en su densidad de dislocaciones, activando sistemas de deslizamiento y promoviendo la evolución microestructural que promueve el refinamiento del tamaño de grano y ocasionando un posible efecto en los precipitados de la aleación, esto da como resultado un material con un aumento considerable en su dureza y resistencia mecánica pretendiendo tener la mínima caída de ductilidad posible.



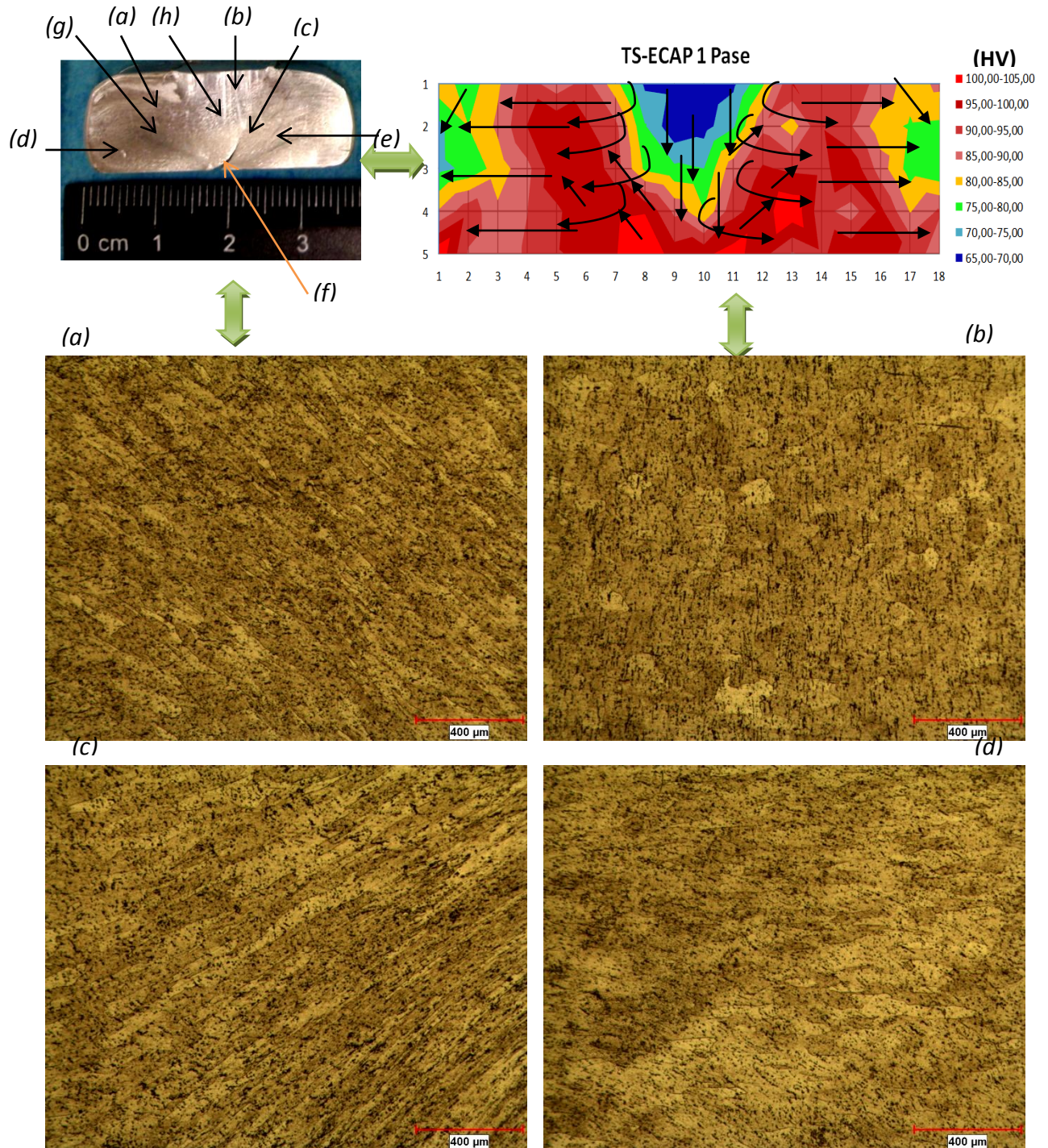
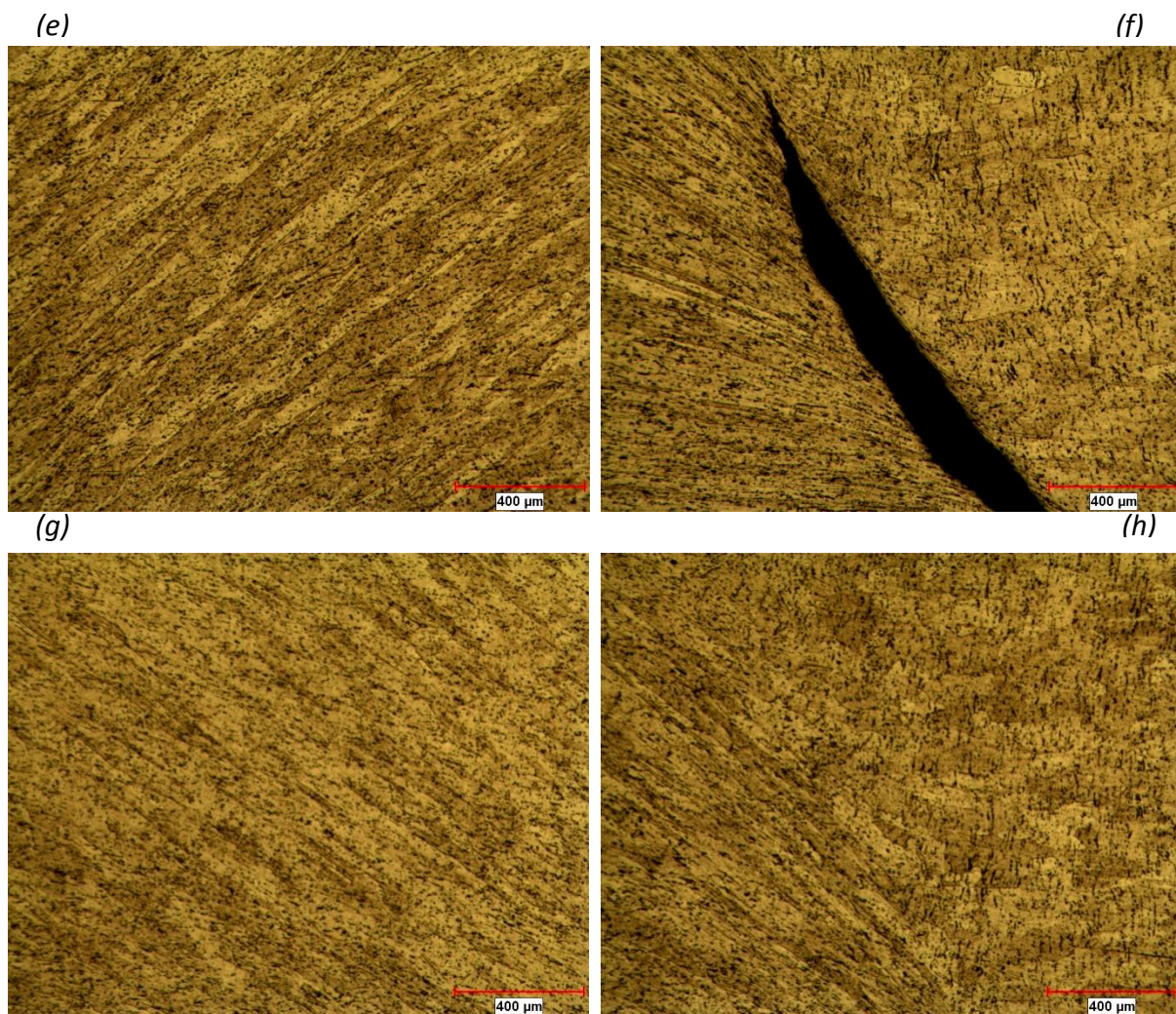


Fig. 3.23 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por TS-ECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión.





Continuación de la Fig. 3.23 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por TS-ECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión.



### 3.6 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), Análisis microestructural

Debido a que con el aumento del número de pases en cada técnica el refinamiento de la microestructura aumentó, haciendo poco factible el análisis por microscopía óptica, se realizaron análisis selectivos mediante microscopía electrónica en transmisión (TEM). Con esta técnica de microscopía, se observó principalmente del refinamiento de grano producido por SPD, los detalles más específicos de sus características microestructurales como: arreglos de dislocaciones, poligonización y precipitación, que como se mencionó, por microscopía óptica no se puede observar.

#### ➤ **TS-ECAP**

En la figura 3.24 se aprecia el segundo pase del aluminio 6060 homogenizado a través de TS-ECAP, cuya muestra fue rotada  $180^\circ$  siguiendo la ruta C, en esta micrografía se observa que los granos alargados con arreglos de subgranos (poligonización), empiezan a fragmentarse para formar granos más finos, la evolución de estos arreglos de subgranos que se originaron en el primer pase evolucionan por el desarrollo de la segunda colocación de bandas de esfuerzo cortante simple en el segundo pase, se observó la desorientación e la microestructura, así como también arreglos de dislocaciones en esta muestra de dos pases debido a la deformación que se ha acumulado (18).

Las zonas brillantes corresponden a valores de buen contraste, representando interiores de granos o regiones de bajos esfuerzos internos. En contraste a las áreas con granos o límites célula, conteniendo elevados esfuerzos internos usualmente dando un pobre contraste con bordes poco claros de las bandas (15).

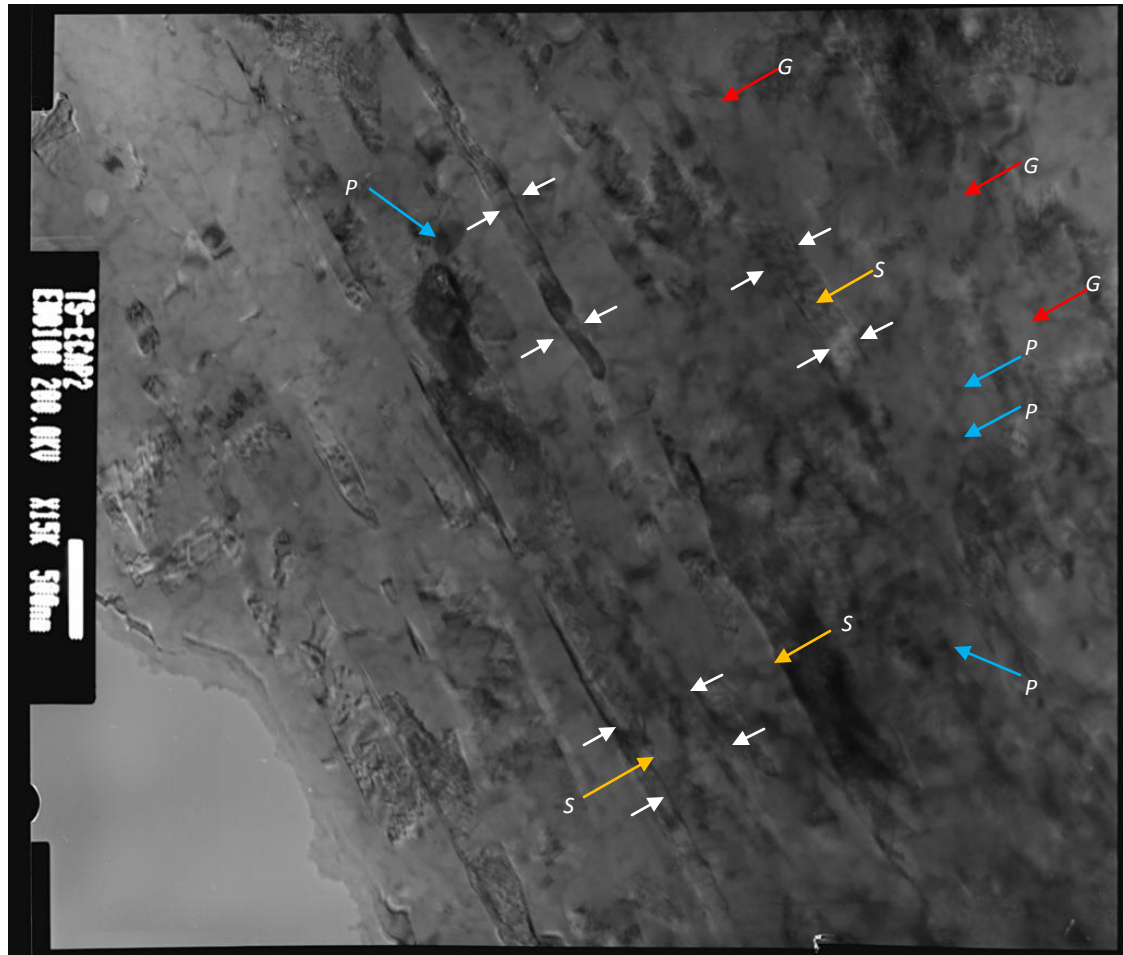
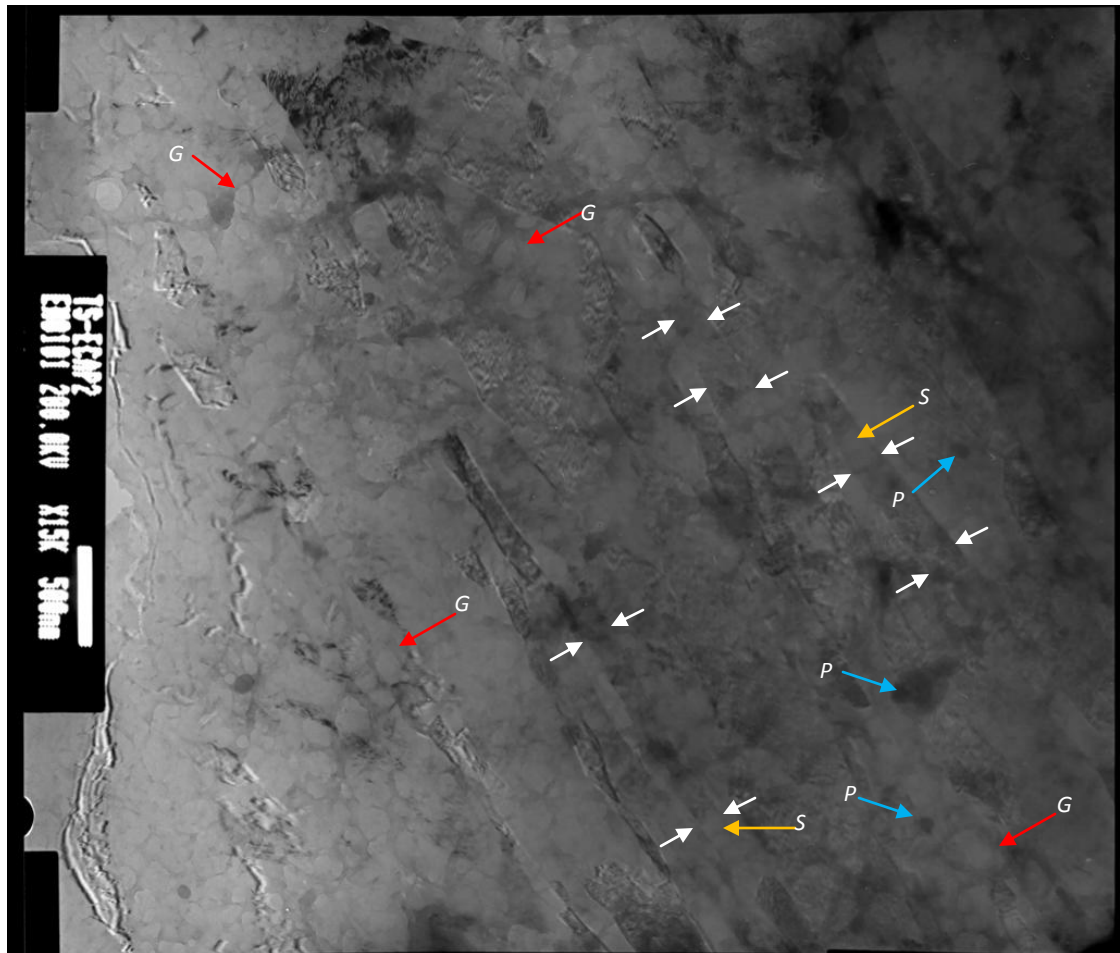


Fig.3.24 Micrografía adquirida por microscopia electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento de homogenizado procesado por TS-ECAP en 2 pases (escala microbarra, 500 nm).

En la figura 3.24 las flechas blancas indican algunos de los granos alargados, los cuales para este segundo pase se observan en gran cantidad con un tamaño estimado de **1 a 3  $\mu\text{m}$** , presentando una reducción en el tamaño de grano de considerable con respecto al material sin ser procesado, las flechas amarillas (S) indican los subgranos o poligonización dentro de granos alargados promovidos por bandas de corte, las rojas (G) indican granos equiaxiales refinados por efecto de la evolución microestructural en función del número de pases (pase no. 2), las flechas azules (P) indican posibles precipitados ( $\alpha$  o  $\beta$ ).



PFig. 3.25 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por TS-ECAP 2 pases (escala microbarra, 500 nm).

En la presente micrografía (Fig. 3.25) se observa una región con disminución en los granos alargados y un aumento en granos equiaxiales refinados, se aprecian algunos posibles precipitados, también se aprecian zonas brillantes de bajo nivel de esfuerzos internos y áreas de menor contraste indicando áreas más deformadas.

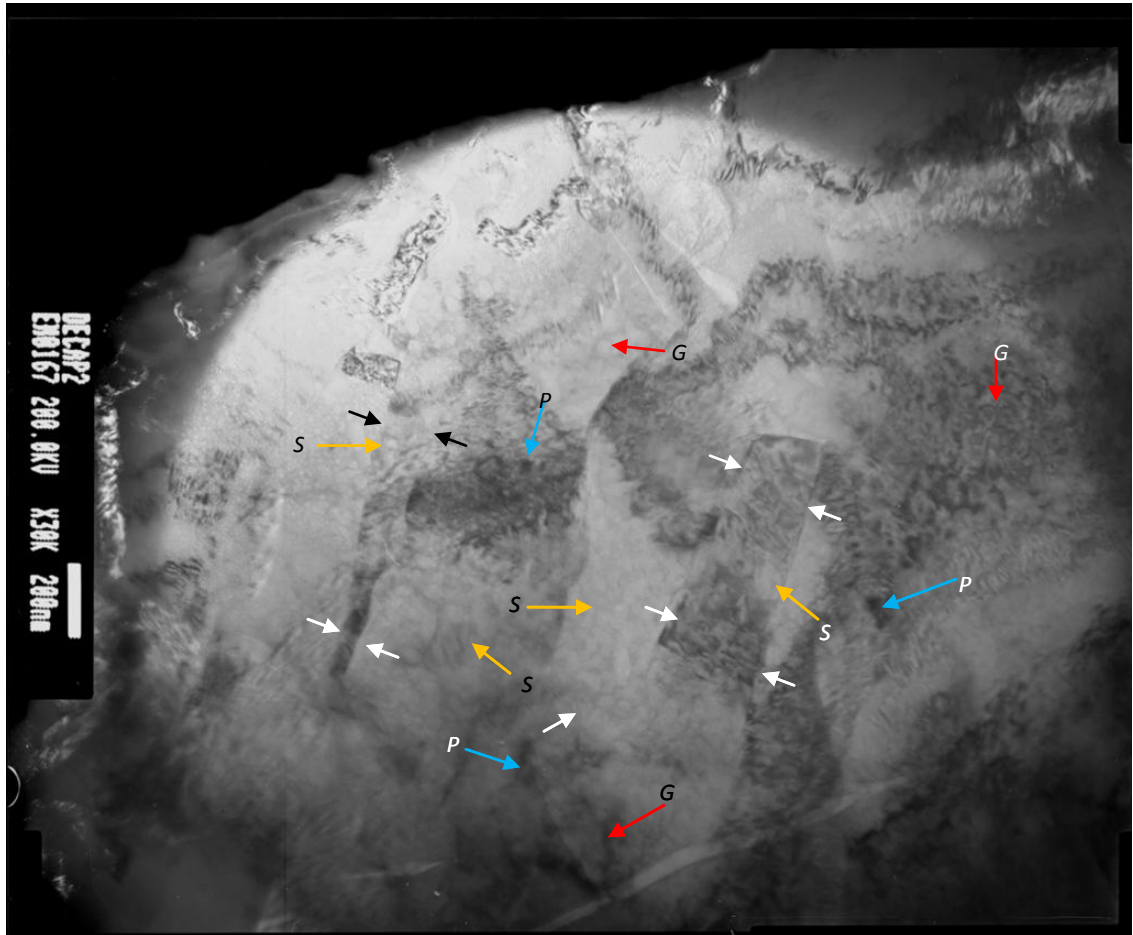
➤ **DECAP**

Fig. 3.26 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por DECAP 2 pases (escala microbarra 200 nm).

En la microestructura de DECAP 2 pases, se observan áreas de gran deformación (bajo contraste) y también zonas de baja deformación (zonas brillantes). En esta micrografía no se aprecian de manera considerable granos alargados, se observan granos con arreglos de subgranos relativamente equiaxiales. Se estima que el tamaño de grano es de  $0.5 \mu\text{m}$  aproximadamente.

➤ **ECAP**

Mediante los pases de extrusión se van introducción nuevas bandas de corte evolucionando de arreglos de granos alargados con subgranos a tener granos muy refinados y equiaxiales, precipitados mejor distribuidos e incremento en la densidad de dislocaciones.

Los materiales nanocristalinos contienen una gran densidad de límites de grano, relacionado con mecanismos de deformación a bajas temperaturas (31).

En general, las micrografías de 3 y 6 pases por ECAP muestra granos alargados con un mayor nivel de poligonización con subgranos de tamaño más pequeños, también se observan granos equiaxiales los cuales predominan en la microestructura de la aleación de aluminio 6060 procesada por esta técnica

En la Fig. 3.26 se exhibe la micrografía de ECAP 3 pases, donde se observan granos largos, en zonas brillantes se aprecian granos muy pequeños y refinados. En el pase 6 por este el método, se presenta un promedio de tamaño de grano de **250 nm** aproximadamente, lo cual representa un gran refinamiento de la microestructura con respecto al Al6060 homogenizado (60 micras).

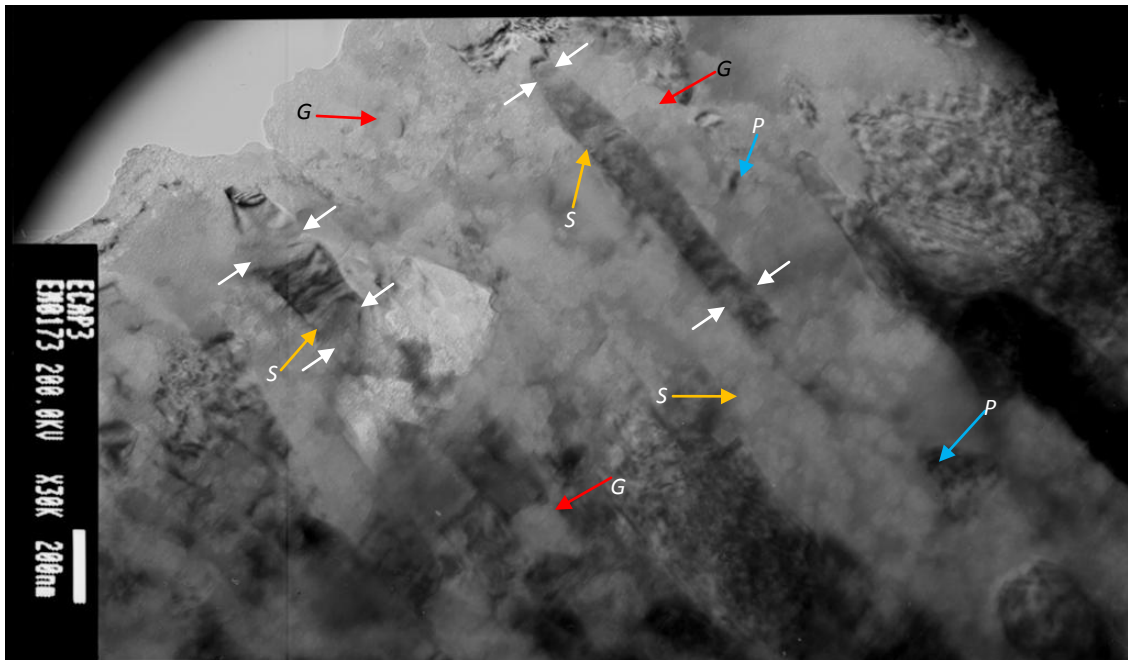


Fig. 3.26 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por ECAP 3 pases (microbarra, escala 200 nm).

En la microestructura de ECAP 3 pases (Fig. 3.26), se observan granos con arreglos de subgranos similares a las técnicas anteriores, es posible que con un aumento en el número de pases, estos granos con poligonización disminuyan y se presenten mayor número de granos equiaxiales de tamaño nanométrico.



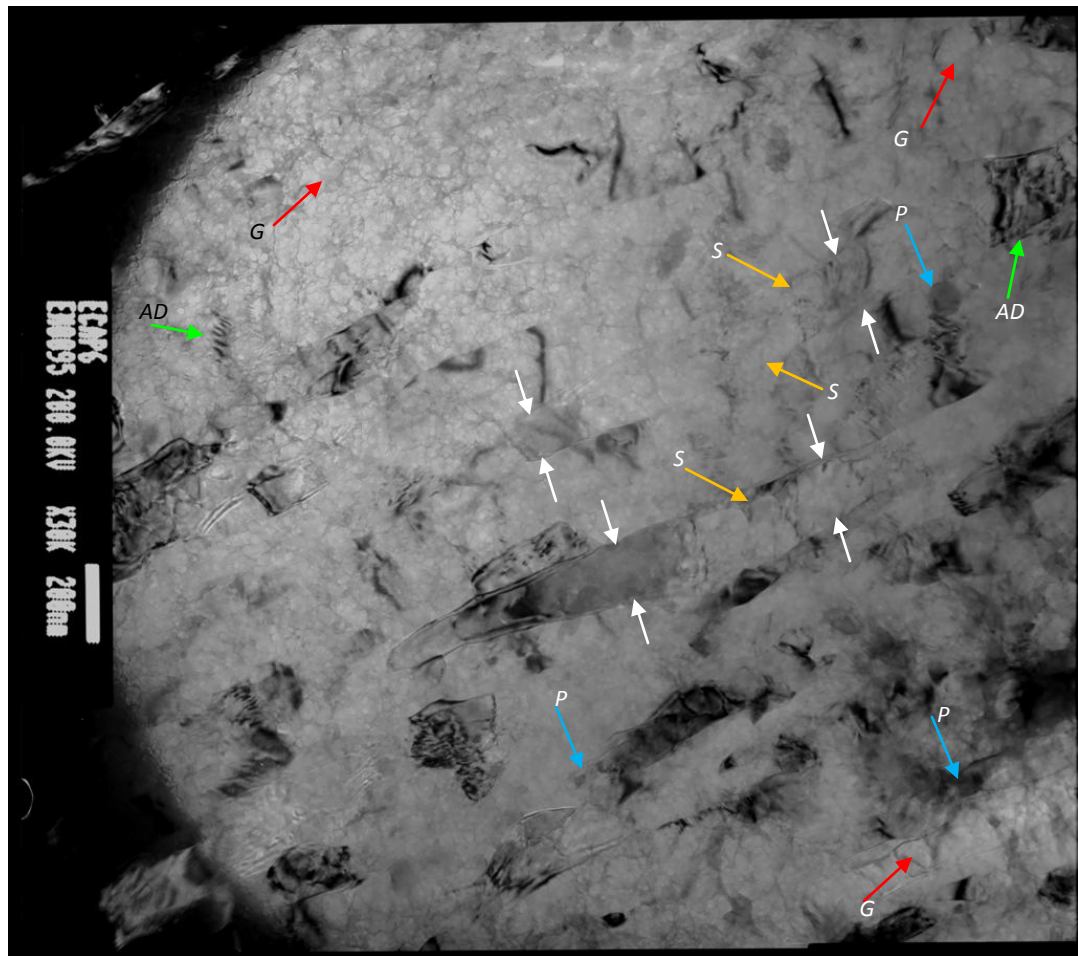


Fig. 3.27 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por ECAP 6 pases (microbarra, escala 200 nm).

En Fig. 3.27 se observa que predominan los granos equiaxiales, debido al alto número de pases de extrusión en el metal por ECAP, se presentan zonas con elevada energía de deformación.

De acuerdo a la literatura y la observación se aprecian algunos posibles arreglos de dislocaciones (AD). (15)

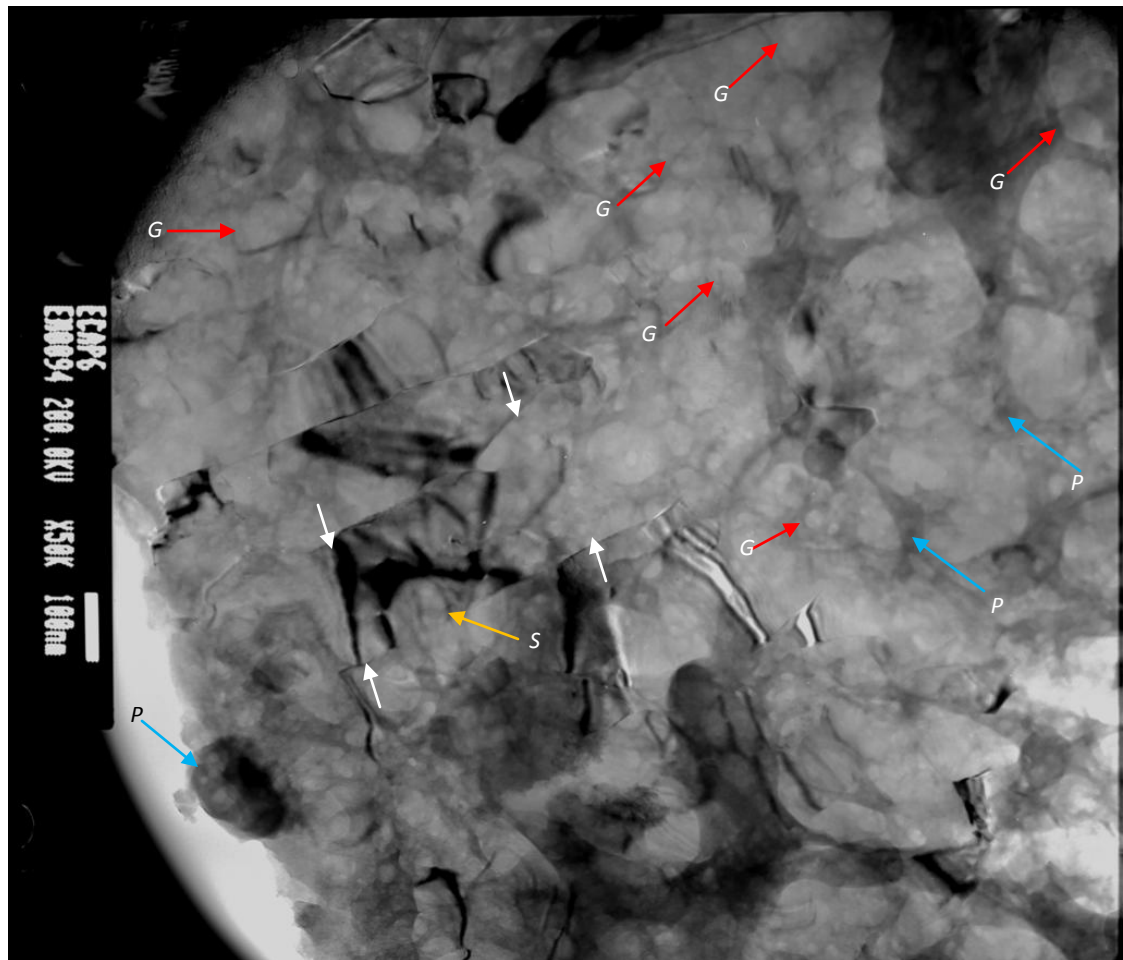


Fig. 3.28 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado, procesado por ECAP en 6 pases (microbarra, escala 100 nm).

La micrografía de la Fig. 3.28 también presenta regiones donde, predominan los granos equiaxiales refinados algunos con mucha deformación almacenada y también se observan algunos precipitados. Las zonas de alta deformación, se pueden asociar a una gran densidad de dislocaciones acumuladas en la aleación (15).



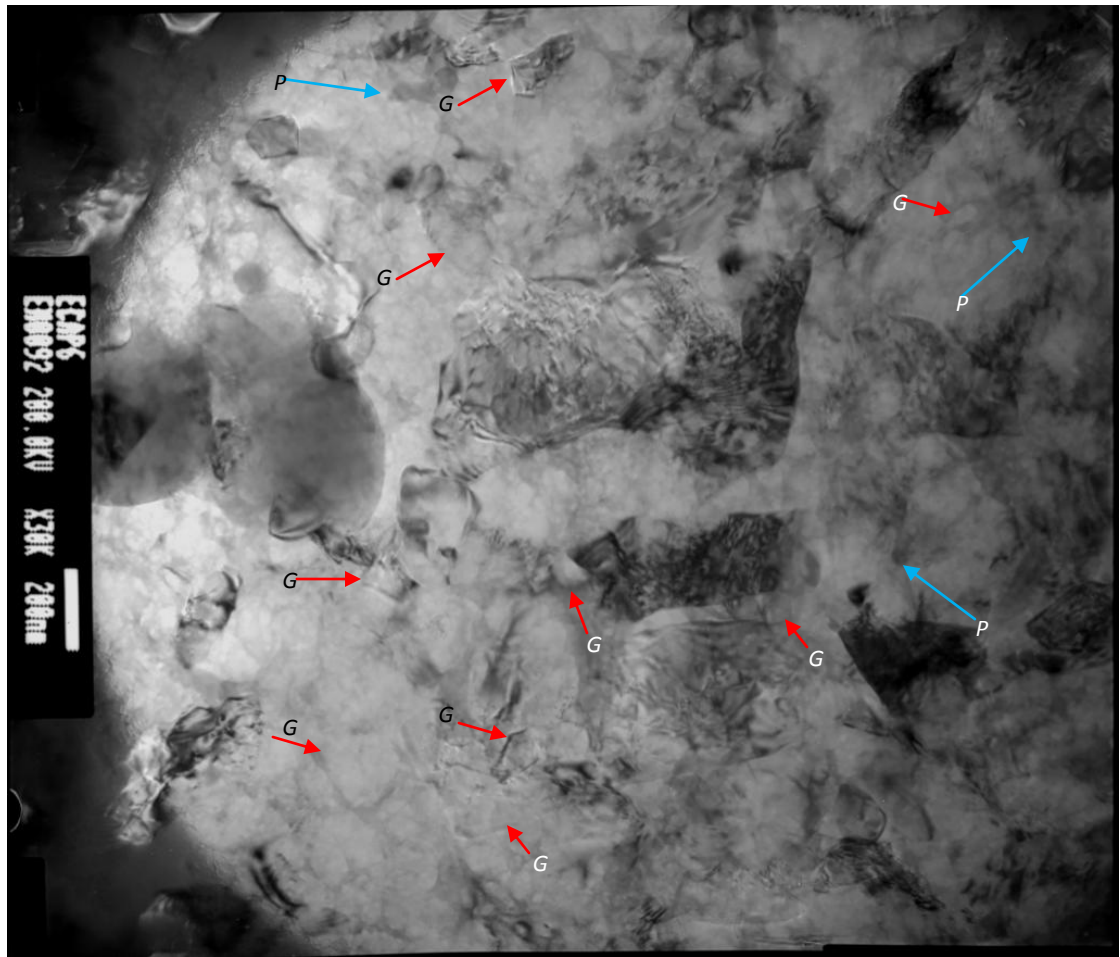


Fig.3.29 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 (homogenizado) procesado por ECAP en 6 pases (microbarra, escala 100 nm).

En la presente micrografía de la muestra procesada por ECAP 6 (Fig. 3.29), se exhibe una microestructura con mayor homogeneidad, predominando granos de forma equiaxial por consecuencia de la acumulación de la deformación en el número de pases. Se observan también áreas de gran deformación y algunos precipitados.

De acuerdo a la literatura, fenómenos como recrystalización dinámica, precipitación dinámica, que haya fases presentes como  $\beta'$ ,  $\beta''$ ,  $Mg_2Si$  (32), alta densidad de dislocaciones que a estos aumentos puedan observarse por efecto de SPD, los cuales puedan estudiarse en trabajos futuros. Este trabajo presenta la evolución general de la microestructura en el Al6060 y su grado de refinamiento en el tamaño de grano, sirviendo de base para investigaciones futuras.

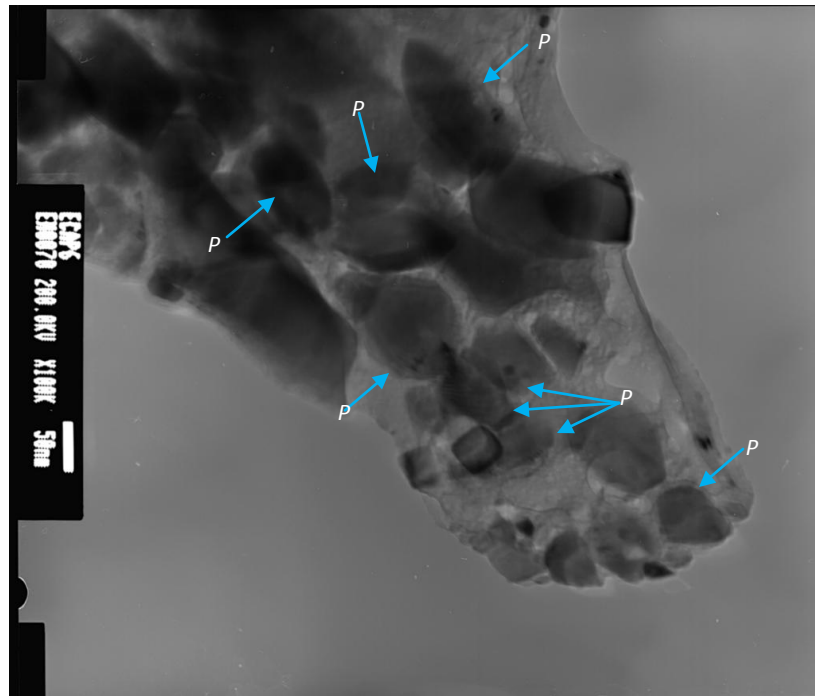


Fig. 3.30 Precipitados  $\alpha$ -AlFeCrSi en la Aleación de Al6060, extruida por ECAP seis pases (microbarra, escala 50 nm).

La presente micrografía (Fig. 3.30), pone en evidencia la presencia de partículas de AlFeCrSi de tamaño nanométrico, probablemente alojadas en los límites de grano, estas partículas finas precipitan con un tratamiento adecuado de envejecido en mayor cantidad, lo cual permite que el material no pierda resistencia mecánica por el anclaje de límite de grano y dislocaciones, mejorando la ductilidad con la relevación de esfuerzos (28).

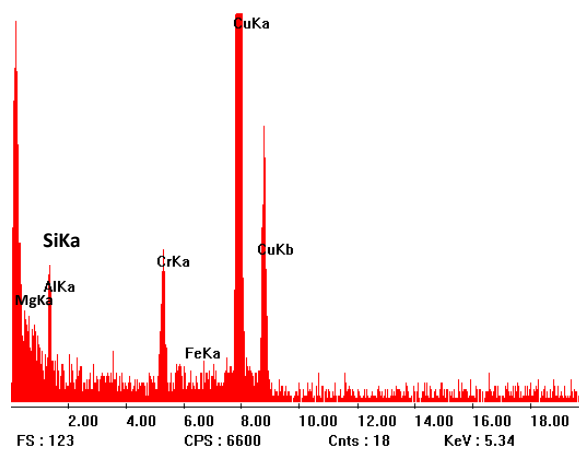


Fig. 3.31 Microanálisis químico en una partícula.

La Fig. 3.31 representa el espectro por EDS, donde se muestra que las partículas pueden relacionarse con la fase  $\alpha_c$ -AlFeCrSi, estas partículas finas de tamaño nanométrico forma parte de la justificación para estudiar tratamientos térmicos de envejecido en la aleación de aluminio 6060 después de haber sido procesado por las diversas técnicas de deformación plástica severa, dichos tratamientos como ya se menciono dieron como resultado un incremento en su resistencia mecánica y un aumento en su ductilidad, mejorando ampliamente la relación resistencia- ductilidad.

### 3.7 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Análisis de Fases

La microscopía electrónica de barrido (SEM), fue empleada para analizar fases presentes en el aluminio en relación con su morfología y distribución en tamaño mediante un análisis estadístico, analizando imágenes en el software ImageJ. Este análisis permitió observar el efecto de las técnicas de deformación plástica severa sobre las partículas.

#### 3.7.1 Microanálisis y fragmentación de fases

Las propiedades mecánicas de la aleación de aluminio procesado por técnicas de SPD presentadas en este trabajo son influenciadas de manera importante por la dispersión y la morfología de dichas fases. Es posible que si estas fases están mejor distribuidas en tamaño y en número, representen una mejora en propiedades como; la resistencia a la tensión, ductilidad y aumento en dureza, que en conjunto con el elevado grado de deformación, el refinamiento de grano y el aumento en la densidad de dislocaciones dan al Al6060 un mejor desempeño global.

En las siguientes imágenes (Fig. 3.33-3.35) se presenta el efecto las técnicas de SPD en la morfología de las fases, además del efecto en la distribución de las mismas. La principal causa por la cual estas fases en la aleación de Al6060 son mejor distribuidas en el material dispersándose sobre la matriz, es debido a que en cada pase de extrusión, se puedan fragmentar al ser procesadas por SPD haciéndose más pequeñas con el incremento del número de pases distribuyéndose mejor en forma en tamaño. (33) (34).

Como se describe en la sección 1.1.3 del capítulo 1, las principales fases presentes en las aleaciones de la serie 6xxx son beta ( $\beta$ ), alfa hexagonal ( $\alpha_h$ ) y alfa cúbica ( $\alpha_c$ ), todas estas fases presentes en la aleación Al6060 se fragmentaran en función del número de pases por SPD.

La Fig. 3.32 presenta el análisis químico puntal sobre un precipitado, el cual es un compuesto de Al-Mg-Fe-Si, estos elementos son los componentes de las fases mencionadas variando en estequiometría y estructura cristalina (ver tabla 1.1). Con este análisis puntal la partícula se puede relacionar con las fases  $\beta$ ,  $\alpha_h$  o  $\alpha_c$ , también existe la presencia de la fase  $Mg_2Si$ , como se mostró también en el análisis de microscopía de transmisión las cuales tienen un tamaño más pequeño (Ver figura 3.30).

La estructura del aluminio 6060 en condición de colada es destruida, la fase  $\beta$  con morfología de aguja o la fase  $\alpha_c$  con morfología tipo escritura china, mediante la extrusión se obtienen formas irregulares como se presenta en las siguientes imágenes (ver figuras 3.33-3.35).

De acuerdo a la literatura todas estas fases incluyendo las que tienen tamaño micrométrico se fragmentan y se distribuyen por efecto de las técnicas de deformación plástica severa (28) (32) (34) (35).

Posiblemente partículas de segunda fase distribuidas en los límites de grano puedan precipitar dinámicamente durante el procesamiento (30).

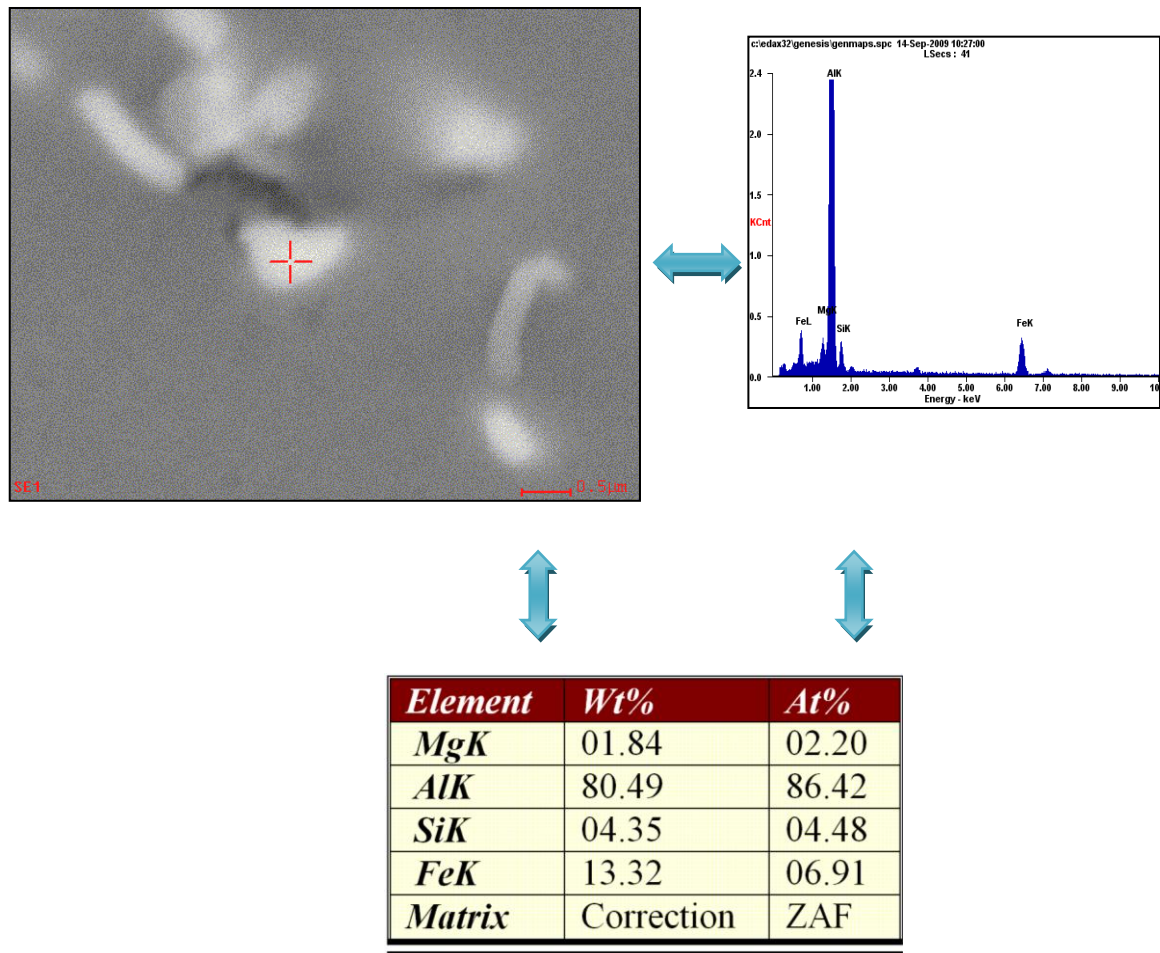


Fig. 3.32 Microanálisis de composición química en precipitado de Al6060

En la micrografía de la figura 3.33, se observa como la partícula tiene a lo largo diversas fisuras, estas microgrietas en el próximo pase de extrusión es posible que crezcan hasta comportarse como partículas de menor tamaño.

Además de que las técnicas de SPD promueven la fragmentación de partículas, desde la extrusión convencional ya se fracturan en partículas más pequeñas. Sin embargo cuando la aleación Al6060 es procesada por ECAP, DECAP y TS-ECAP, está fragmentación de partículas es más pronunciada, por la naturaleza de estas técnicas.

En la figura 3.34 se observa una partícula con diversas microgrietas en el aluminio estándar proveniente de un proceso de extrusión convencional, lo que evidencia que también promueve la fractura de las fases en dicha aleación.

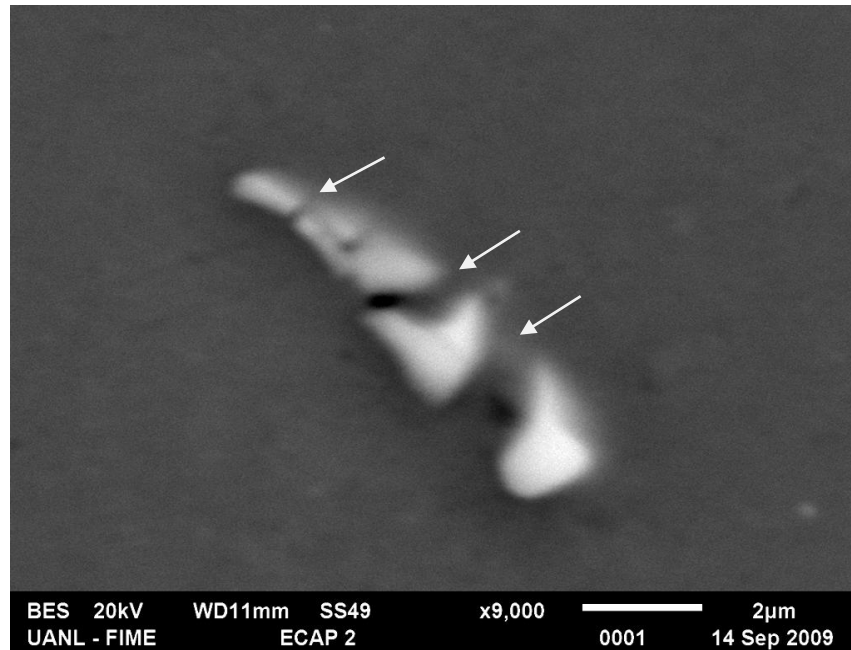


Fig. 3.33 Micrografía de partícula fragmentada en ECAP 2 pases.

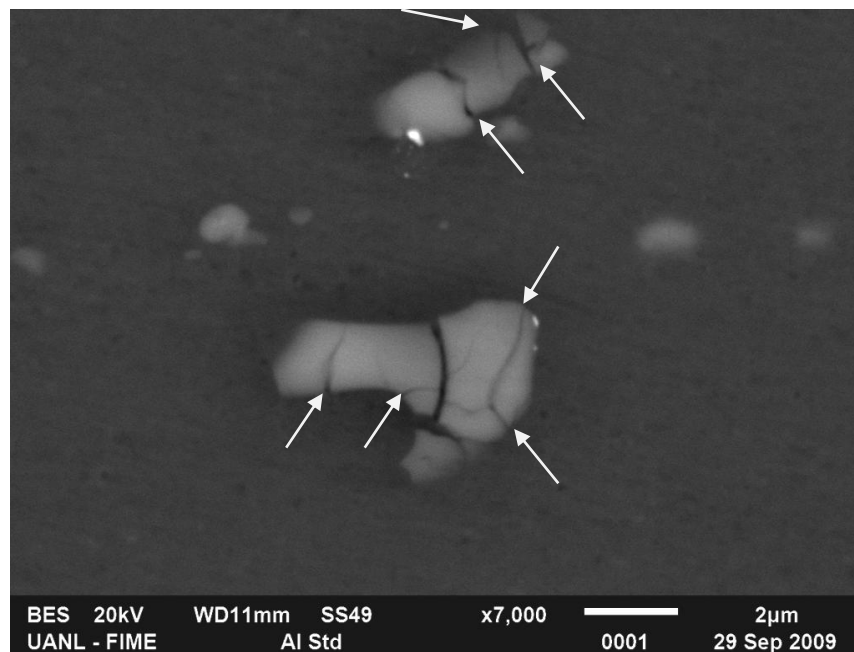


Fig. 3.34 Micrografía de partícula fragmentada en Aluminio estándar (extrusión convencional).

A continuación se exhiben micrografías (Fig. 3.35) de las diferentes técnicas y diferentes números de pases en SPD, lo cual demuestra que este fenómeno se presentó en los diferentes métodos y pase de extrusión.

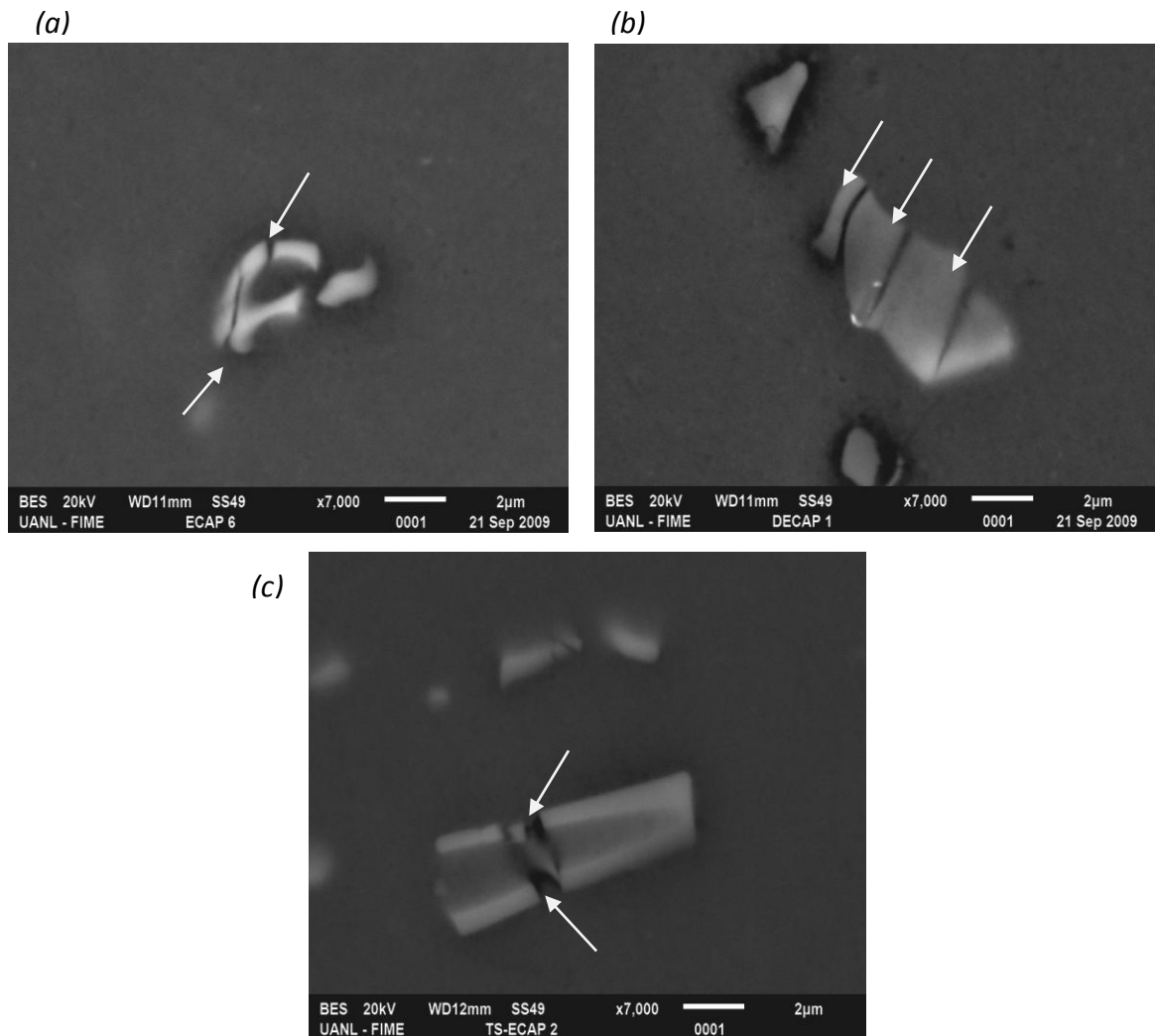


Fig. 3.35 Partículas fragmentadas por técnicas de SPD: (a) ECAP pase 6, (b) DECAP pase 1 y (c) TS-ECAP pase 2.



### 3.7.2 Orientación de fases por el sentido de flujo en SPD

En la Fig. 3.36, las fases presentes en la aleación se orientan en el sentido de flujo de acuerdo a la técnica de deformación plástica severa utilizada en el procesamiento. (La flecha indica el sentido de flujo)

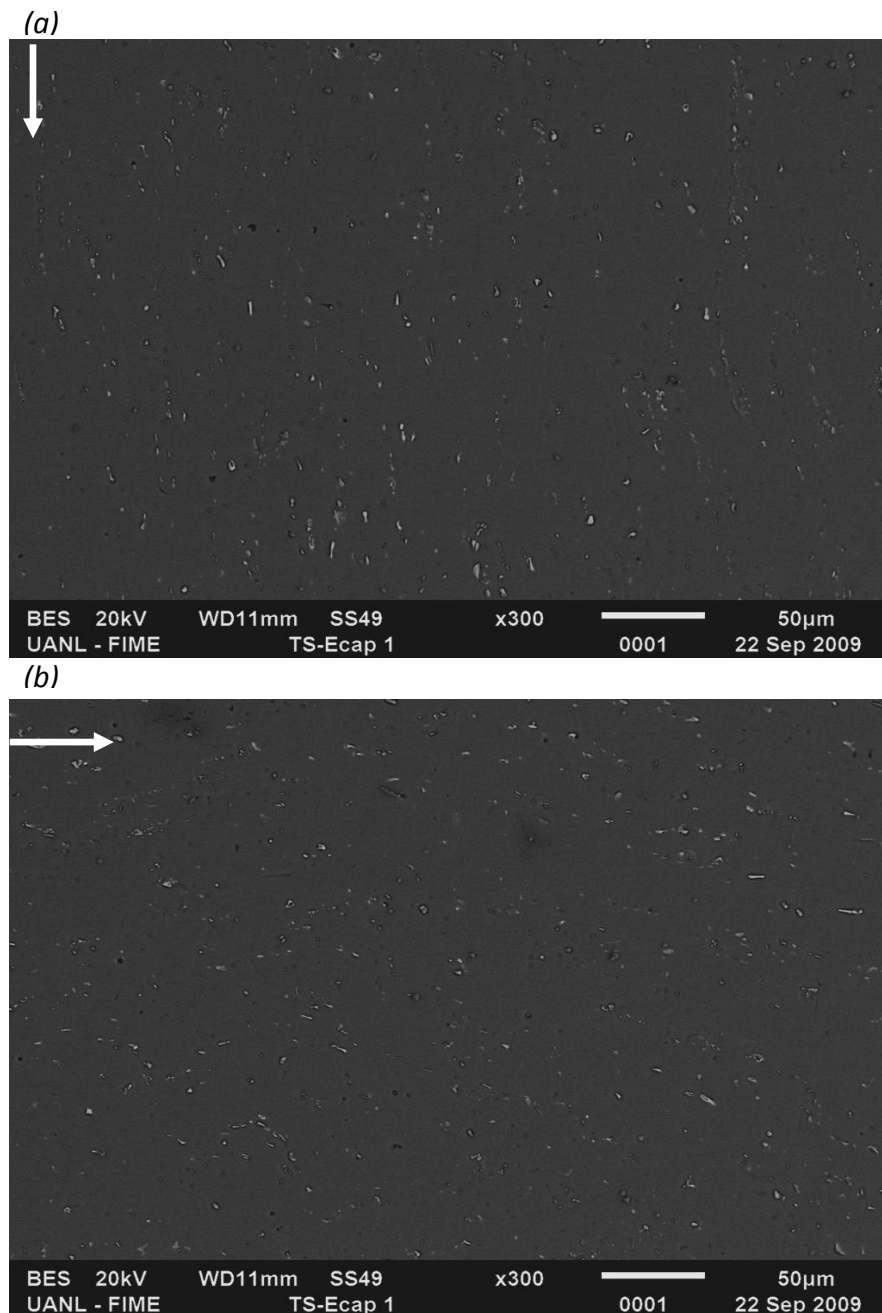


Fig. 3.36 Orientación de fases en Al6060 homogenizado, por efecto de deformación plástica severa en el método TS-ECAP procesado en un pase de extrusión.

La figura anterior (Fig. 3.36) presenta dos micrografías de la misma técnica de deformación (TS-ECAP) con la aleación Al6060 homogenizada procesada en un solo pase de extrusión adquiridas de dos secciones distintas, la micrografía (a), la zona central superior en el plano longitudinal de la muestra (ver Fig. 3.10), mostrando partículas alineadas verticalmente como indica la flecha, mientras que la micrografía (b), adquirida de un extremo lateral, tiene partículas alineadas horizontalmente debido a la circulación de flujo de material hacia los lados del canal (ver Fig. 2.17 , capítulo 2).

Las técnicas de SPD orientan los precipitados en la matriz de la aleación, el aluminio estándar, al cual es el material procesado por métodos convencionales de extrusión, también orienta las fases en el sentido de flujo impuesto a la muestra durante el proceso de extrusión, como se aprecia en la siguiente imagen (figura 3.45).

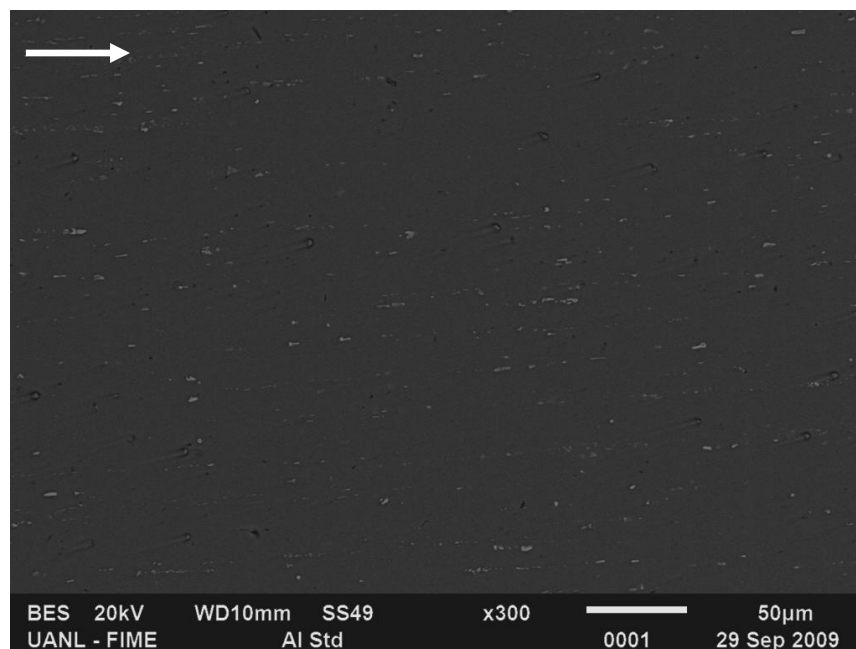


Fig. 3.37 Orientación de fases en el Al6060 procesado por métodos de extrusión convencionales.

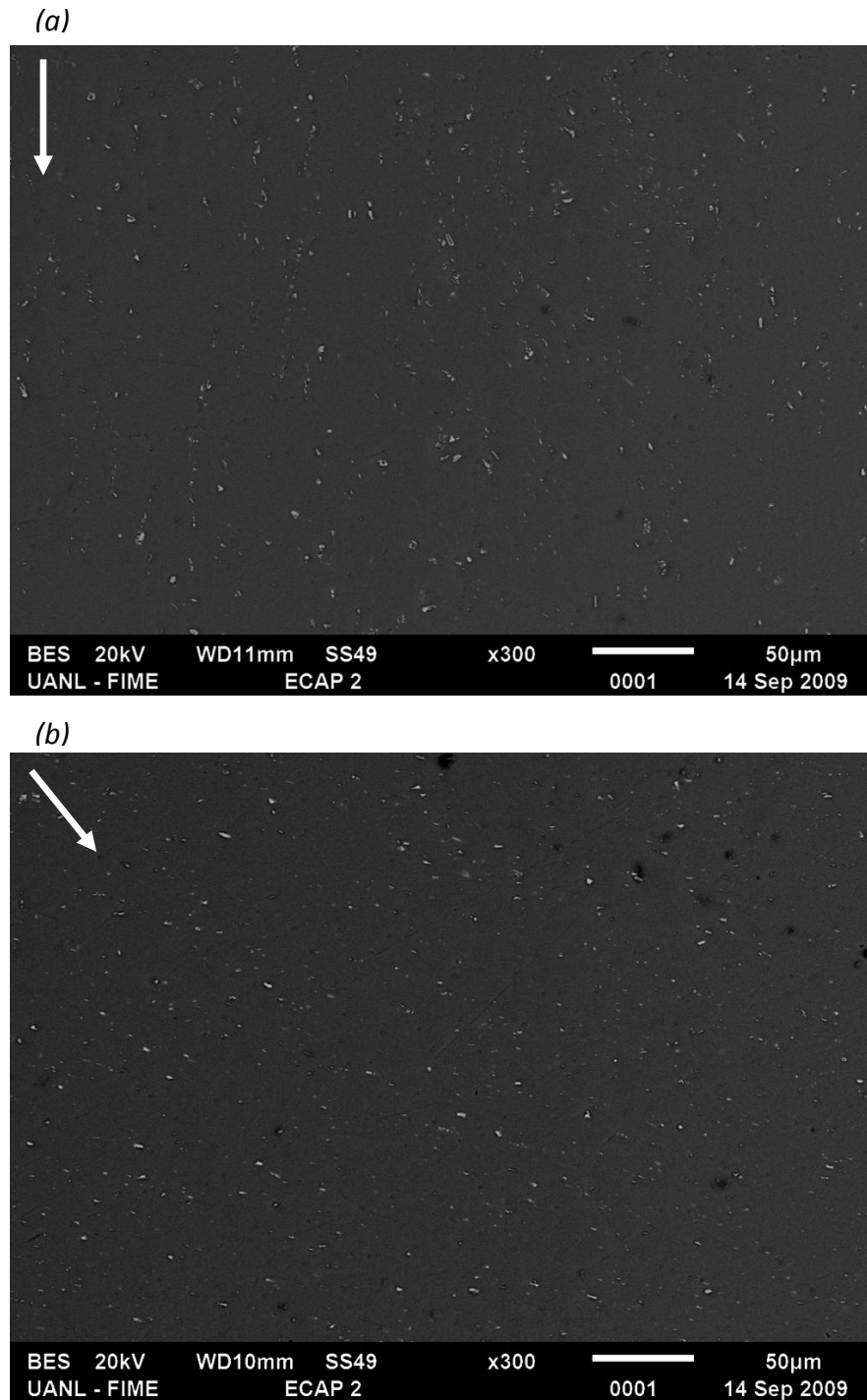


Fig. 3.38 Orientación de fases en Al6060 por efecto de deformación plástica severa en el método ECAP procesado en dos pases de extrusión.

En la figura 3.38 la muestra procesada por ECAP dos pases, presenta diferentes sentidos de orientación en el aluminio durante su deformación, la micrografía (a),

haciendo referencia nuevamente a la Fig. 3.10, presenta fases orientadas en el sentido de la dirección de extrusión, la micrografía (b), adquirida en la zona donde se forma el pico característico de ECAP (ver figuras. 2.10 y 3.1), cambia nuevamente el sentido de orientación. La técnica de DECAP, tiene características de orientación similares a TS-ECAP.

### 3.7.3 Análisis estadístico del efecto de SPD en la dispersión de las fases sobre la matriz de Al6060 por las técnicas ECAP, DECAP y TS-ECAP

Con el análisis estadístico se puede observar la distribución en número y tamaño de las fases, dicho análisis fue realizado en el material sin ser deformado y selectivamente en muestras procesadas por los distintos métodos de SPD. Los histogramas de las figuras 3.40 Y 3.41 presentan la distribución de fases en la aleación, se aprecia que en el procesamiento por las técnicas de SPD los valores de tamaño de partícula de  $0.5 \mu\text{m}^2$  a  $5 \mu\text{m}^2$  disminuye en frecuencia, posiblemente es debido a la fragmentación de las fases durante la deformación en cada técnica, la tabla 3.8 exhibe los valores promedio del tamaño de partículas en cada técnica, se observa una tendencia a disminuir el tamaño de las partículas en cada pase de extrusión.

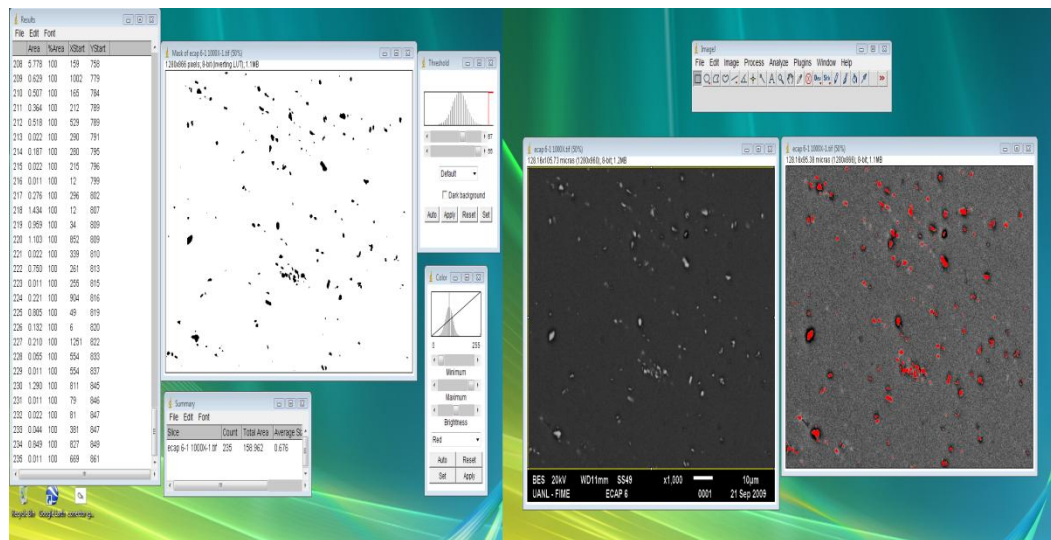


Fig. 3.39 Programa para análisis de imágenes "ImageJ 1.42q"

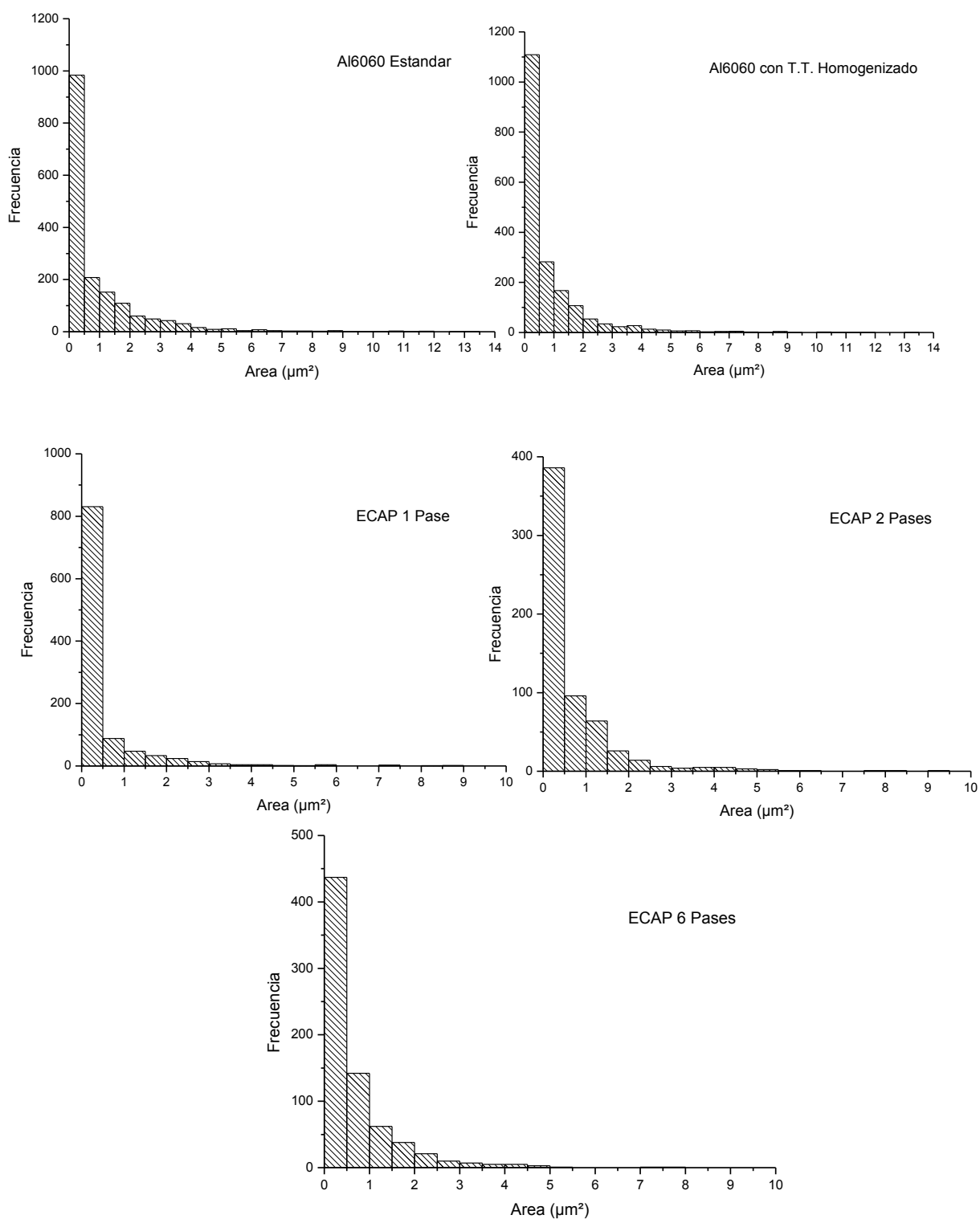


Fig. 3.40 Histogramas de tamaño de fases en Al6060 estándar, Al 6060 Homogenizado y procesado por ECAP 1,2 y 6 pases.

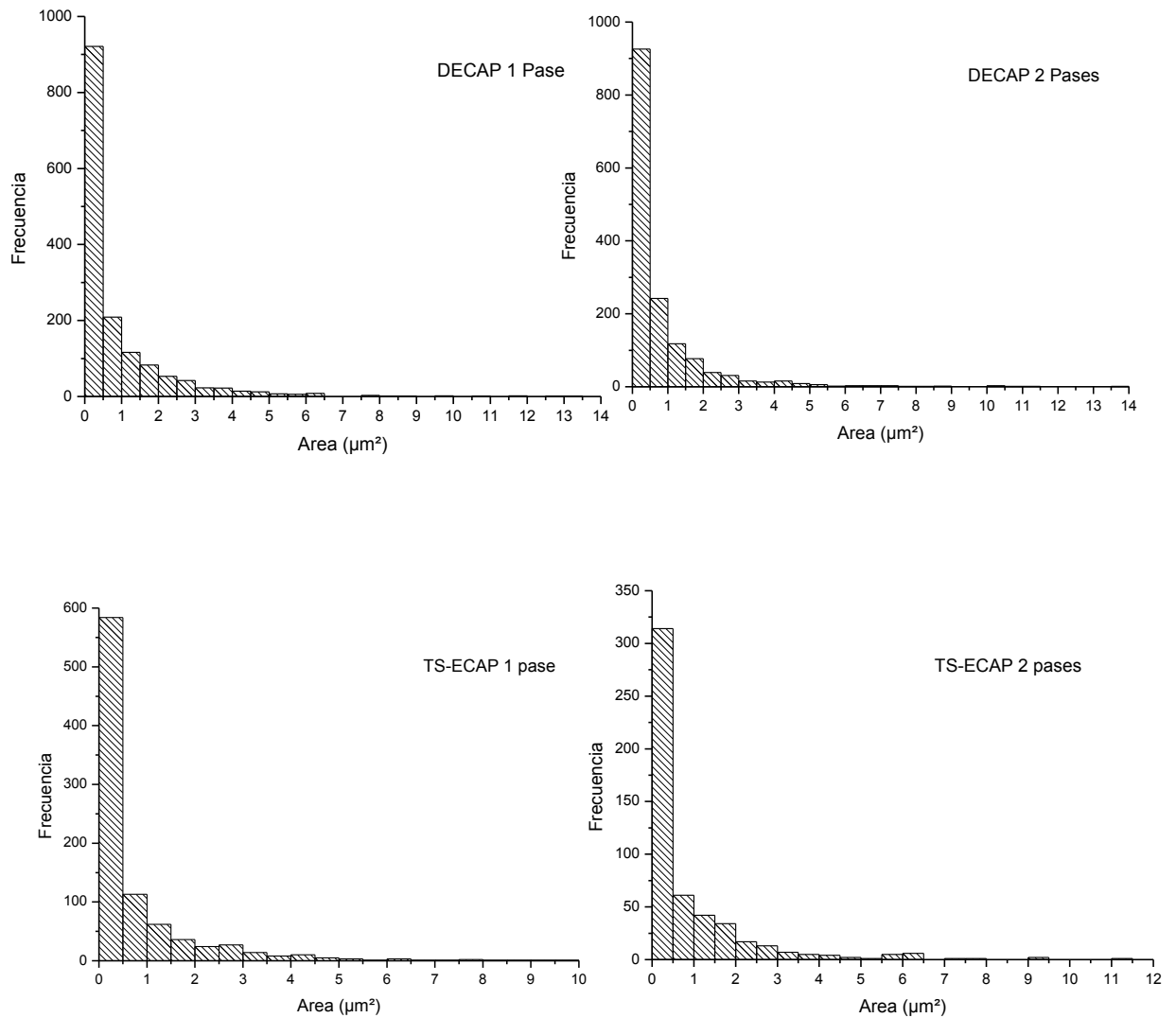


Fig. 3.41 Histogramas de tamaño de fases en Al 6060 Homogenizado procesado por DECAP 1,2 pases y TS-ECAP 1,2 pases.

Las figuras 3.42 y presentan los valores de partículas acumuladas en por ciento, comparando la relación tamaño y número de partículas del Al6060 homogenizado sin procesar con el efecto de las técnicas de SPD sobre la aleación procesada.

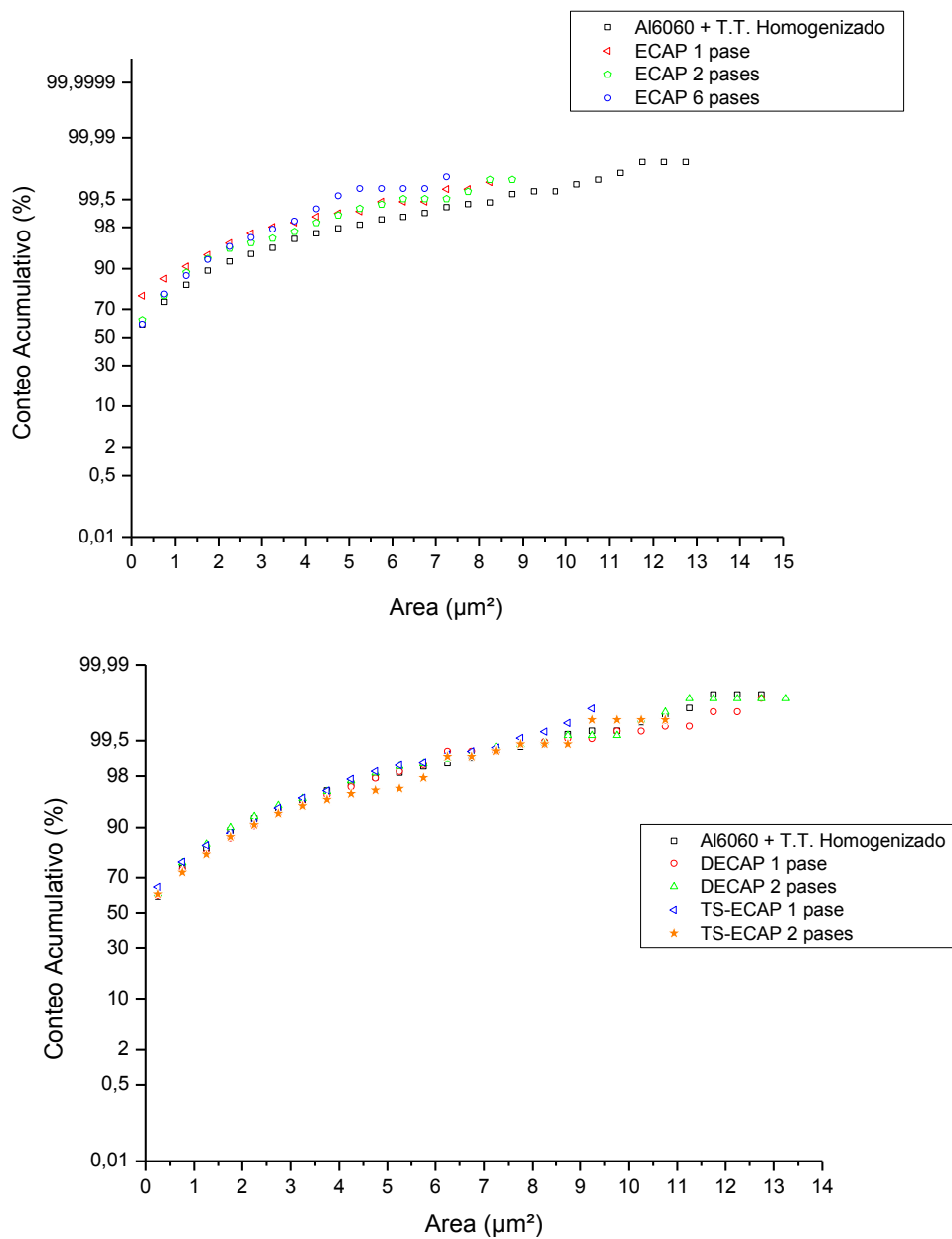


Fig. 3.42 Relación tamaño y número en partículas por distribución acumulada en por ciento.

Tabla 3.8 Promedio de tamaño de partículas en Al6060 homogenizado procesado por SPD.

No. De Pases	Al 6060 estandar ( $\mu\text{m}^2$ )	Al6060 + T.T. Homogenizado ( $\mu\text{m}^2$ )	Técnica de SPD		
			ECAP ( $\mu\text{m}^2$ )	DECAP ( $\mu\text{m}^2$ )	TS-ECAP ( $\mu\text{m}^2$ )
0	0,972	0,827			
1			0,453	0,881	0,746
2			0,690	0,773	0,875
6			0,678		

Como se observó en la Fig. 3.42 existe una tendencia en la aleación de aluminio procesada por SPD a incrementarse el porcentaje de partículas de menor tamaño, esta tendencia se aprecia de manera más clara en la técnica ECAP, se tienen mayor cantidad de partículas en el orden de  $1 \mu\text{m}^2$  y la distribución de tamaño está entre  $0.011$  y  $9 \mu\text{m}^2$  aproximadamente, mientras que el Al6060 homogenizado presenta menor porcentaje de partículas con tamaño fino y la distribución abarca partículas mas grandes ( $0.011$ - $13.5 \mu\text{m}^2$ ).

De acuerdo a la tabla 3.8 que muestra los promedios en el tamaño de las partículas, también se observa que el material procesado por SPD, presenta una tendencia a la disminución en el tamaño de las fases presentes en la aleación.



### 3.8 Análisis térmico, mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En este trabajo se realizaron estudios de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para la observar la estabilidad térmica de la microestructura en el aluminio 6060 con diferentes niveles de deformación plástica severa. Los parámetros utilizados en estos estudios se presentan en el capítulo experimental. Los resultados de los estudios de DSC se presentan en las siguientes figuras.

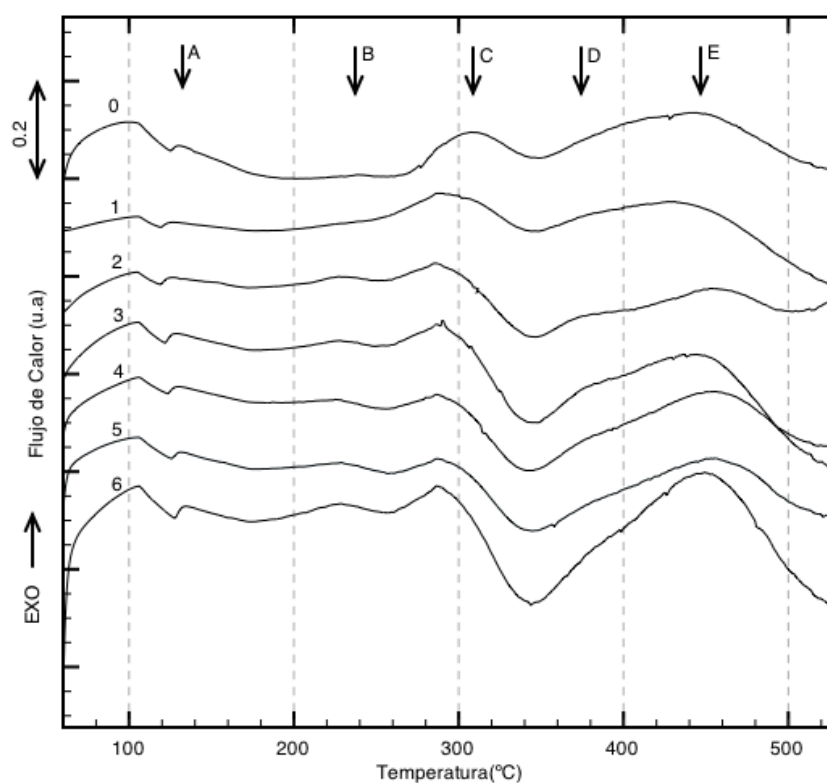


Fig. 3.43 Termogramas de DSC, para las muestras de Al 6060 a diferentes niveles de deformación.

En general, en la Fig. 3.43 es posible observar un comportamiento muy similar en los termogramas para cada nivel de deformación. En cada uno de estos presenta básicamente la misma cantidad de reacciones las cuales para este estudio se identificaron de A hasta E; la forma y tamaño de estas presentó notables diferencias, para este análisis se puso énfasis en el análisis del efecto de la deformación plástica

severa sobre las reacciones de precipitación principalmente las cuales son de carácter exotérmico al igual que las de recuperación y recristalización. En las siguientes figuras se discute cada una de las reacciones identificadas por DSC. Para este trabajo de tesis la interpretación se realizará en función de la información publicada para este tipo de aleaciones (Al-Mg-Si). (36) (37) (38) (39)

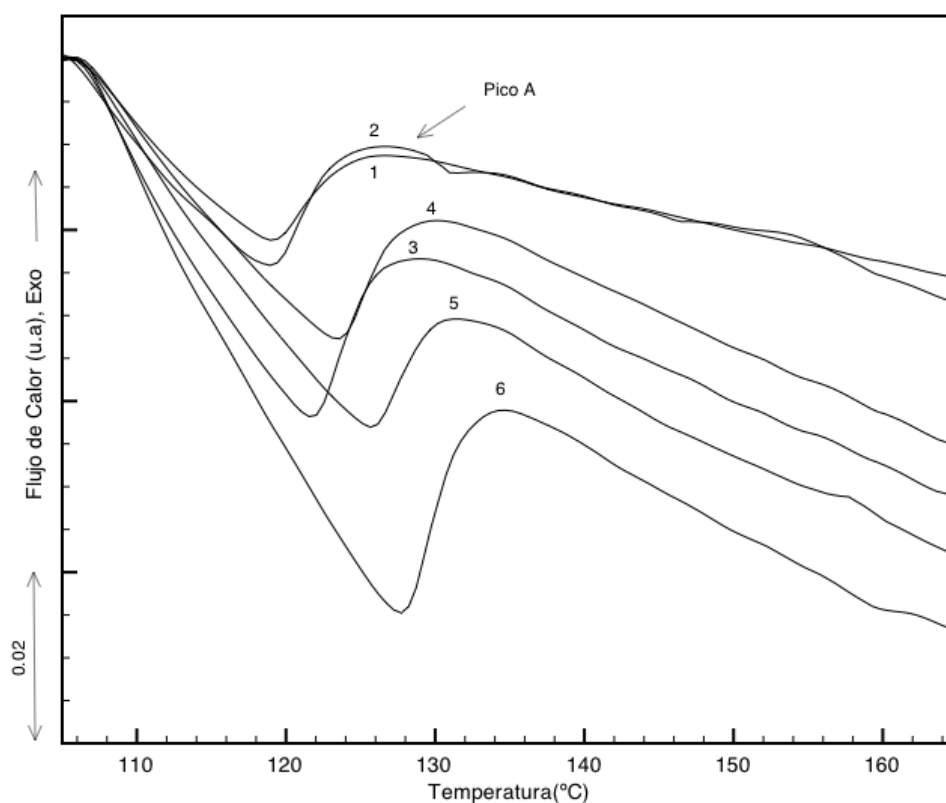


Fig. 3.44 Termogramas en la región del “pico A”, identificado en la fig. 3.43

En el “Pico A” es posible observar un cambio en la temperatura a la cual se alcanza el máximo de esta reacción la cual resulta ser sensible a la cantidad de deformación en el material, con el incremento en la deformación la temperatura del pico tiende a ser mayor al igual que el inicio de esta reacción. Se ha reportado que las reacciones que suceden en este rango de temperatura para este tipo de aleaciones pueden asociarse

con la formación y disolución de zonas GP. También se ha reportado que estas son sensibles al nivel de deformación en el material previo al análisis de DSC (40) (41).

En el rango de temperatura de 170 a 260°C, pico B (Fig. 3.45) se presenta un pico exotérmico en todas las condiciones de deformación analizadas. En este se observa que el área bajo este también es mayor con el número de pases lo cual puede asociarse con una mayor energía de reacción y con una mayor cantidad de precipitación. En este caso, la temperatura para el máximo así como el inicio y el final de la reacción parecen no ser afectadas “significativamente” por el nivel de deformación. En este rango de temperaturas han sido reportadas las reacciones de precipitación de  $\beta''$  y  $\beta'$  en estas aleaciones (36) (37) (38) (39) y las variaciones en se han asociado principalmente a las condiciones de procesamiento de cada material. También es posible, en algunas condiciones, el traslape de estas reacciones de precipitación.

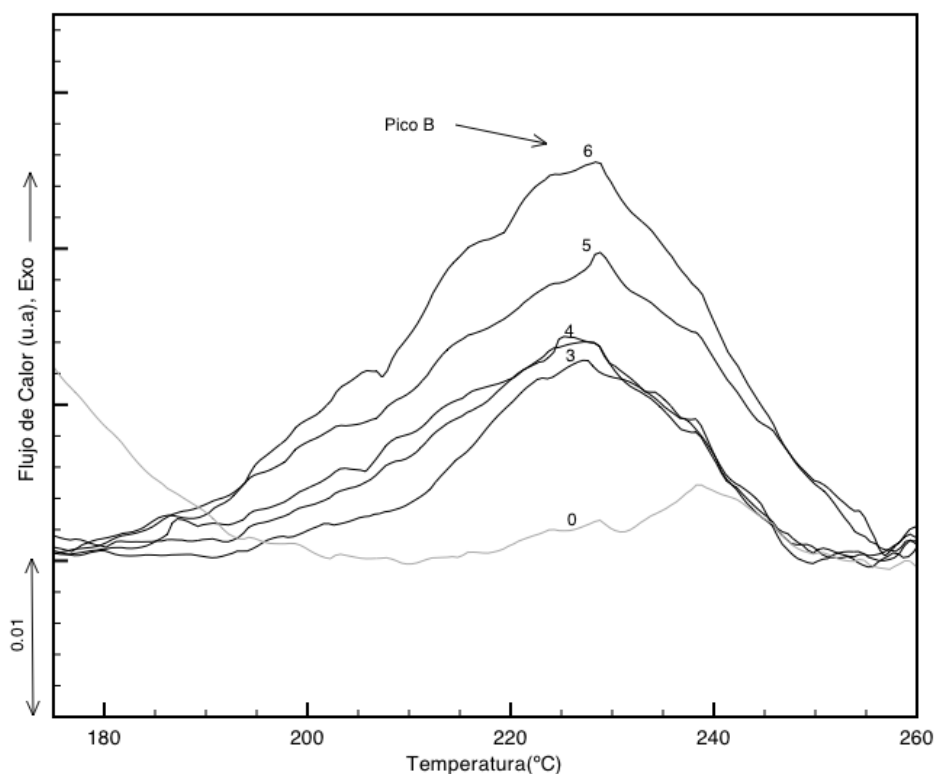


Fig. 3.45 Termogramas en la región del “pico B”, identificado en la fig. 3.43

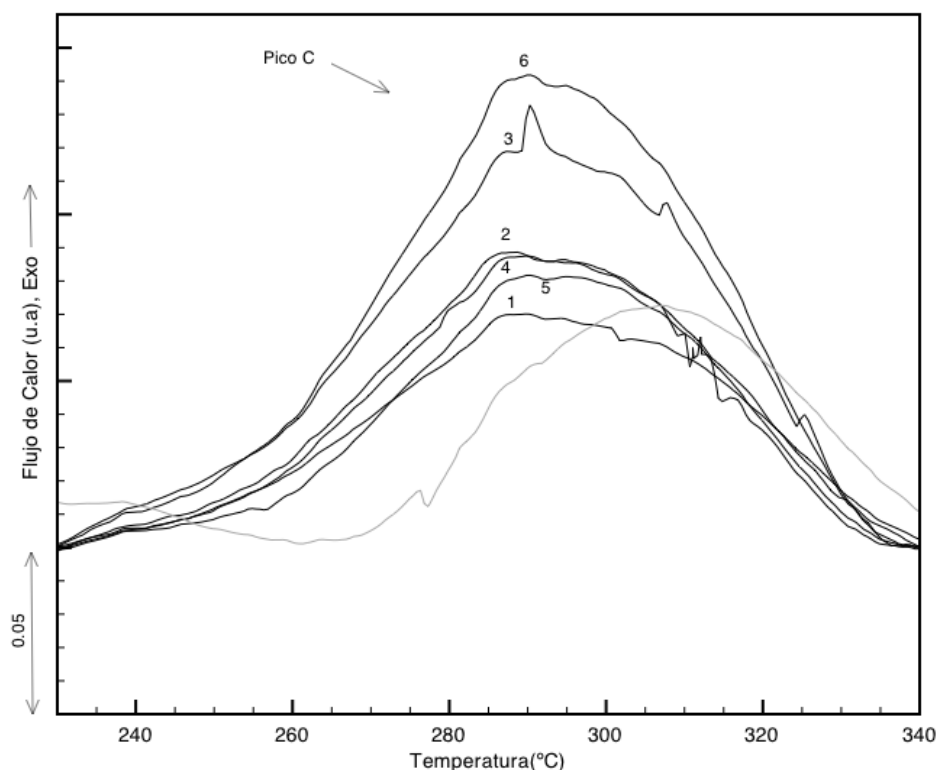


Fig. 3.46. Termogramas en la región del “pico C”, identificado en la fig. 3.43

En el caso del “pico C” (Fig. 3.46) es posible decir que la temperatura de inicio de esta reacción disminuye con la deformación en comparación con el material sin deformar (termograma gris), también se observa que al igual que en las otras reacciones el número de pases promueve una mayor energía la cual es proporcional a el área bajo cada pico. En este caso la figura 3.46 representa el rango de 230 a 340°C en esta región el ajuste de los termogramas considero la parte endotérmica de la reacción de disolución, el cual se aprecia claramente en la Fig. 3.46 entre 300 a 340°C aproximadamente. En esta transición, el número de pases no afecta al menos significativamente la temperatura de inicio y final de esta reacción.

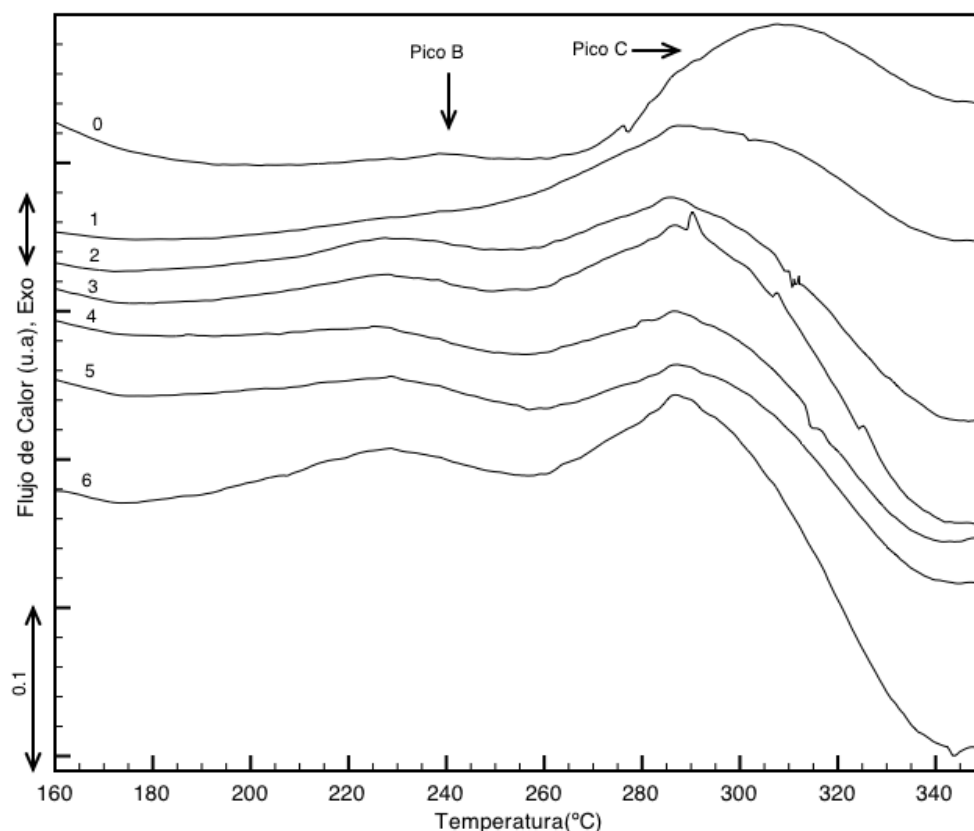


Fig. 3.47 Termogramas en la región de los “picos B y C”, identificado en la fig.3.43

En estos resultados fue posible observar el traslape de dos reacciones D y E (ver Fig. 3.43); el porcentaje de deformación promueve la formación del “pico D”, las reacciones en este rango de temperaturas para este tipo de aleaciones han sido relacionadas con la formación de precipitados  $\beta$  en el caso de reacciones exotérmicas y con la disolución de  $\beta'$  y  $\beta$  en el caso de endotérmicas (9). La intensidad del pico E incremento con el numero de pases sin embargo la temperatura de inicio y final de esta se mantuvo prácticamente constante independiente del numero de pases de deformación en el material de estudio. En los pases 2 y 3 es posible ver con mayor claridad la presencia del pico D, a menor deformación parece desaparecer en el total y en los mayores niveles de deformación (pases 4, 5 y 6) el aumento en la intensidad del pico E es tal que nuevamente parece que el pico D desaparece.

La tendencia en estos resultados muestra que hay un valor máximo relativo en los niveles de 3 y 6 en algunas reacciones, este comportamiento cíclico puede asociarse con la estructura interna del material y su capacidad para almacenar deformación antes de saturarse y comenzar con el proceso de recuperación. Se ha encontrado que hay un nivel crítico de deformación después del cual la densidad de dislocaciones se mantiene en un nivel relativamente constante (42). Además, aumenta la susceptibilidad para que esta condición promueva recuperación. A diferencia del análisis anterior la energía en el “pico B” aumenta con el número de pases.

Estos resultados corresponden a los obtenidos como promedios de microdureza en donde es posible apreciar un aumento en la misma hasta el pase número 3 para después mantener un nivel casi constante.

La tabla 3.9 presenta los posibles procesos de acuerdo a los picos observados en los resultados de calorimetría diferencial de barrido que puedan estar sucediendo, algunos de estos procesos pueden ser precipitación de fases, disolución de fases, recristalización entre otros.

Es de interés estudiar el efecto de las técnicas de SPD sobre la estabilidad térmica de la aleación y la precipitación para poder diseñar tratamientos óptimos de envejecido promoviendo mejoras en las propiedades mecánicas del material principalmente en mejora la relación resistencia a la tensión-ductilidad.

Se presentan también el diagrama de equilibrio en base al contenido de Mn (0.018 %) en la aleación estudiada (Al6060), adquirido por simulación mediante el programa Thermo-Calc, el cual sirve como apoyo en el estudio de los termogramas presentados anteriormente.

Tabla 3.9 Relación típica de entalpías  $\Delta H$  (in J/g) presentes en varios procesos en aleaciones de Aluminio

Process	Peak Type	Peak Shape	Reaction Enthalpy (J/g)
Melting	Endothermic	Sharp	Hundreds (400)
Phase dissolution	Endothermic	Broad	Tens (15)
Solidification	Exothermic	Sharp	Hundreds (400)
Phase precipitation	Exothermic	Broad	Tens (15)
Recrystallization	Exothermic	Broad	Tenths (0.8)

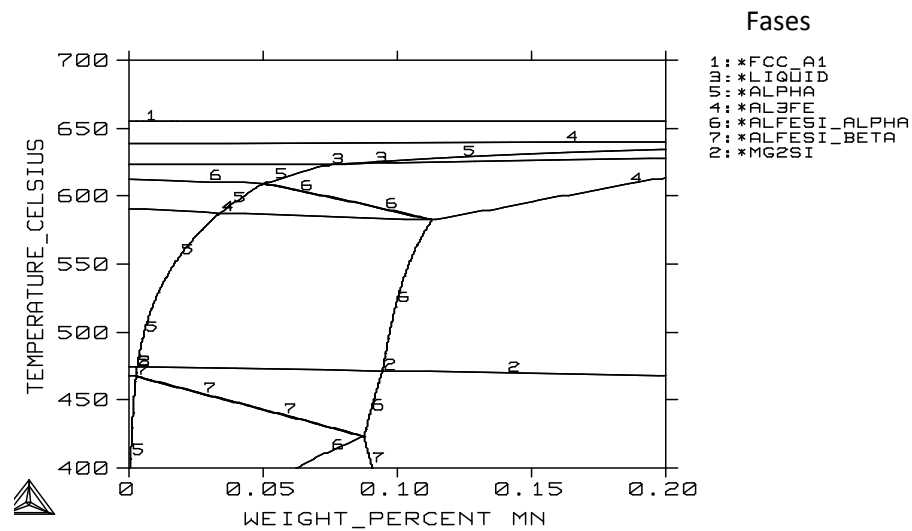


Fig. 3.48 Diagrama de equilibrio Al6060 en base al contenido de Mn, adquirido mediante simulación en el programa Thermo-Calc.

# CAPÍTULO IV

## Conclusiones

A continuación se presentan las conclusiones que se obtuvieron de este trabajo de investigación.

- La SPD promueve un incremento en la dureza debido al nivel de deformación acumulada, el Al6060 procesado por ECAP 6 pases presento un incremento de dureza de 110%, mientras que las técnicas de DECAP Y TS-ECAP presentaron de un 95 a 100 % de incremento con respecto al material sin procesar.
- Es posible obtener mejoras en la relación Resistencia –Ductilidad, mediante la aplicación de deformación plástica severa en una aleación Al-Mg-Si. La aleación deformada por ECAP 5 pases con tratamiento térmico de envejecido presento un incremento en la resistencia máxima del 108% y una reducción en la ductilidad de 3.5% con referencia al material sin procesar.
- La técnica de deformación plástica severa propuesta como DECAP presenta mejoras con respecto a TS-ECAP. Principalmente en la distribución de la deformación.
- La restricción en el flujo del material en la técnica de DECAP es una condición que permite mejorar la distribución de la deformación, por el cambio de estados de esfuerzos en el material.



- De las técnicas utilizadas ECAP resulta ser la más efectiva y práctica para la generación de materiales con tamaño de grano ultrafino, seguida por DECAP y finalmente TS-ECAP.
- La aleación 6060 procesada por la técnica de ECAP presenta una tendencia a aumentar la ductilidad con el número de pases desde un 65% al primer pase hasta un 110 % en el pase número 6.
- Con un tratamiento térmico de envejecido a baja temperatura y tiempo, se promueve un incremento en la resistencia sin perder ductilidad. Esto se asocia con la disminución de la energía de defectos almacenada por la deformación.
- Hay un numero de pases “critico” en el que se alcanza un nivel de saturación de defectos en la microestructura. En los niveles de dureza por la técnica de ECAP presenta un incremento considerable hasta los pases 3-4, donde de aquí en adelante el incremento en dureza ya no es significativo
- La homogeneidad de la microestructura está relacionada con el nivel de deformación. Se concluye que con el aumento en el número de pases la homogeneidad de esta aumenta.
- Con estas técnicas de deformación plástica severa, las partículas presentes en el material son susceptibles a fracturarse durante el proceso de deformación, debido a la elevada concentración de esfuerzos cortantes.
- Es factible una redistribución de las partículas como consecuencia de la fragmentación de estas y el flujo del material durante la deformación.

- La deformación plástica severa y el nivel de deformación modifican y promueven la precipitación de forma importante en estas aleaciones. Como se demostró por calorimetría.
- En esta aleación el aumento en las propiedades se debe a una combinación de diferentes factores como la disminución significativa en el tamaño de grano, el aumento en la densidad de defectos por efecto de la deformación y la precipitación la cual es modificada con estos métodos de deformación.
- Es posible obtener materiales con tamaño de grano ultrafino por estas técnicas, la aleación de aluminio 6060 procesada por ECAP 6 pases presento un tamaño de grano aproximado de 250 nm, siendo la técnica con mejor eficiencia para refinar la microestructura.

#### *Recomendaciones y Trabajo a futuro*

- Se considera conveniente estudiar el efecto de la fricción durante el proceso de extrusión y observar el efecto sobre la microestructura y propiedades mecánicas.
- Estudiar otras propiedades mecánicas como: resistencia al desgaste y a la fatiga además de resistencia a la tensión, ductilidad y dureza.
- Detallar la precipitación y su cinética en estas aleaciones después de ser procesadas por SPD.
- Estudiar el efecto de la SPD sobre la recristalización dinámica en estas aleaciones.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Terence G. Langdon. "Research on Bulk Nanostructured Materials in Ufa: Twenty years of Scientific Achievements, Materials Science and Engineering". Vol. A 503. pp. 6-7. 2009.
2. Terence G. Langdon and Yuntian T. Zhu. "The Fundamentals of Nanostructured Materials Processed by Severe Plastic Deformation". JOM. pp. 58-63. 2004.
3. M.W. Fu, M.S. Yong, Q.X. Pei and H.H. Hng. "Deformation Behaviours Study of Multi-Pass ECAE Process for Bulk Nanostructured Processing". STR/04/002/FT, pp. 9-14.
4. Ruslan Z. Valiev, Yuri Estrin, Zenji Horita, Terence G. Langdon, Michael J. Zehetbauer and Yuntian T. Zhu. "Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation". JOM. pp.33-39. 2006.
5. Askeland Donald R. "Ciencia e Ingeniería de Materiales". International Thomson Editores. 2003.
6. J. Randolph Kissell, Robert L. Ferry. "Aluminum Structures". John Wiley & Sons, Inc. 2002.
7. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. "Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation". Progress in Materials Science. Vol. 45. pp. 103-189. 2000.
8. Niels Cees Willen Kuijpers. "Kinetics of the  $\beta$ -AlFeSi to  $\alpha$ -Al(FeMn)Si transformation in Al-Mg-Si alloys". 2003
9. D. Scott Mackenzie, George E. Totten. "Analytical Characterization of Aluminum, Steel and Superalloys". Taylor & Francis Group. 2006.
10. Carl C. Koch. "Nanostructured Materials". Norwich, New York, U.S.A. Noyes Publications William Andrew Publishing, 2002.
11. Rodolfo Rodríguez Baracaldo, Josep Antonio Benito Páramo, José María Cabrera Marrero. "Procesos de Severa Deformación Plástica para Obtener materiales de Grano Nanométrico y Ultrafino". pp. 101-105. Revista Ingeniería e Investigación. Vol. 27. 2007.
12. Ruslan Z. Valiev, Terence G. Langdon. "Principles of Equal-Channel Angular Pressings as Processing Tool for Grain Refinement". Progress in Materials Science. Vol. 51. pp. 881-981
13. Patrick B. Berbon, Minoru Furukawa, Zenji Horita, Minoru Nemoto and Terence G. Langdon. "Influence of Pressing Speed on Microstructural Development in Equal-Channel Angular". Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 30A. pp. 1989-1997. 1999.
14. Aleksandrov, R.Z. Valiev and I.V. "A Paradox of Severe Plastic Deformation in Metals., Doklady Physics". Vol. 46, No. 9. pp. 633-635. 2001.

15. Hockauf, L.W, Meyer, B. Zillmann, M. Hietschold, S. Schulze, L. Kruger. "Simultaneous Improvement of Strength and Ductility of Al-Mg-Si alloys by Combining Equal Channel Angular Extrusion with Subsequent High-Temperature Short-Time Aging". *Materials Science and Engineering A*. Vol. 503. pp. 167-171. 2009.
16. Megume Kawasaki, Roberto B. Figueiredo, Cheng XU and Terence G. Langdon. "Developing Superplastic Ductilities in Ultrafine-Grained Metals". *Metallurgical and Materials Transactions A*. Vol. 38A. pp. 1891-1898. 2007.
17. Rosochowski, L. Olejnik and A. "Methods of Fabricating Metals for Nano-Technology. Bulletin of the Polish Academy of Sciences, Technical Sciences". Vol. 53. No.4. pp. 413-423. 2005.
18. Terence G. Langdon, Minoru Furukawa, Minoru Nemoto and Zenji Horita. "Using Equal-Channel Angular Pressing for Refining Grain Size". *JOM*. pp. 30-33. 2000.
19. M.D Baro, Yu. R. Kolobov, I.A. Ovidko, H.-E. Schaefer, B.B. Straumal, R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, M. Ivano, K. Rejmann, A.B. Reizis, S. Suriñach and A.P. Zhilyaev. *Diffusion and "Related Phenomena in Bulk Nanostructured Materials"*.
20. A. Rosochowski, L. Olejnik and M. Richert. "3D-ECAP of Square Aluminum Billets".
21. R. Ye. Lapovok. "The Role of Back-Pressure in Equal Channel Angular Extrusion".
22. Valiev, Terry C. Lowe and Ruslan Z. "The Use of Severe Plastic Deformation Techniques in Grain Refinement". *JOM*. pp. 64-77. 2004.
23. *ASM Handbook Volume 4. "Heat Treating"*.
24. George E. Totten, D. Scott Mackenzie. *"Handbook of Aluminum. Marcel Dekker". Inc. 2003.*
25. V. Srinivas Rao, B.P. Kashyap, N. Prabhu, P.D. Hodgson. "T-shaped Equal-Channel Angular Pressing of Pb-Sn Eutectic and its Tensile Properties". *Materials Science and Engineering*. Vol. A 486. pp. 341-349. 2008.
26. *ASM Handbook Volume 8. "Mechanical Testing and Evaluation"*.
27. T.C. Lowe and R.Z. Valiev. "Producing Nanoscale Microstructures through Severe Plastic Deformation". *JOM*. pp. 27-28. 2000
28. M.S. Silva, C. Barbosa, O. Acselrad and L.C. Pereira. "Effect of Chemical Composition Variation on Microstructure and Mechanical Properties of a 6060 Aluminum Alloy". *JMEPEG*. Vol. 13. pp. 129-134. 2004.
29. Y. Iwahashi. *Scripta Mater*. Vol. 35. pp. 143. 1996
30. John, M. Chandrasekara and Y.M.S. *Mat. Sci. eng*. Vol. a381. pp. 308-319. 2004
31. R.S. Mishra, S.X. McFadden, R.Z. Valiev and A.K. Mukherjee. "Deformation Mechanisms and Tensile Superplasticity in Nanocrystalline Materials". *JOM*. pp. 37-40. 1999.

32. Hans J. Roven, Manping Liu, Jens C. Werenskiold. "Dynamic Precipitation During Severe Plastic Deformation of an Al-Mg-Si Aluminum alloy". *Materials Science and Engineering*. Vol. A 483-484. pp. 54-58. 2008.
33. Yeh, Shih-Wei Lee and Jien-Wei. "Microstructural Evolution and Superplasticity of Al-5.8Mg-0.23Mn Alloys Processed by Reciprocating Extrusion". Vol. 36A. pp. 2225-2234. 2005.
34. M. Cabibbo, E. Evangelista, M. Vedani. "Influence of Severe Plastic Deformations on Secondary Phase Precipitation in a 6082 Al-Mg-Si Alloy". *Metallurgical and Materials Transactions A*. Vol. 36A. pp. 2715-2725. 2005.
35. W.J. Kim, J.K. Kim, T.Y. Park, S.I. Hong, D.I. kim, Y.S. Kim and J.D. Lee. "Enhancement of Strength and Superplasticity in a 6061 Al Alloy Processed by Equal-Channel-Angular-Pressing". *Metallurgical and Materials Transactions*. Vol. 33A. pp. 3155-3164. 2002.
36. Y Briol. "DSC Analysis of the Precipitation Reaction in AA6005 Alloy". *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol. 93. pp. 977-981. 2008.
37. M. Vedani, G. Angella, Paola Bassani, D. Ripamonti and A. Tuissi. "DSC Analysis of Strengthening Precipitates in Ultrafine Al-Mg-Si Alloys". *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol. 87. pp. 277-284. 2007.
38. G. K. Quainoo, S. Yannacopoulos. "The Effect of Cold Work on the Precipitation Kinetics of AA6111 Aluminum"., s.l. : *Journal of Materials Science*. Vol. 39 . pp. 6495-6502. 2004.
39. W.F. Miao, D.E. Laughlin. "A Differential Scanning Calorimetry Study of Aluminum Alloy 6111 with Different pre-Aging Treatments". *Journal of Material Science*. Vol. 19. pp. 201-203. 2000
40. Reza S. Yassar, Davi P. Field and Hasso Weiland. "The Effect of Cold Deformation on the Kinetics of the  $\beta$  Precipitates in an Al-Mg-Si Alloy"., *Met. and Mat. Trans*. Vol. 36A. pp. 2059-2065. 2005.
41. T. Knudsen W.O. Cao, A. Godfrey, Q. Liu, and N. Hansen. "Stored Energy Niquel Cold Rolled to large Strains Measured by Calorimetry and Evaluated from the Microestructure". *Metall. Mater. Trans*. Vol. 39A. pp. 430-440. 2008.
42. Malying, G.A. "Mechanism of Hardening and Dislocation-Structure Formation in Metals Subjected to Severe Plastic Deformation". *Physics of the Solid Sate*. Vol. 48, No. 4. pp. 693-699. 2006.

# ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Comparación de formas estructurales comunes y grados de aluminio, acero al carbono y acero inoxidable (6).	8
Tabla 1.2 Varianza estructural de las fases metálicas prevalentes en aluminio de la serie 6xxx (8).	13
Tabla 2.1 Caracterización de probetas en la aleación de aluminio 6060.	
Tabla 2.2 Parámetros de Procesamiento Mediante ECAP.	55
Tabla 2.3 Parámetros de Procesamiento Mediante DECAP.	59
Tabla 2.4 Parámetros de Procesamiento Mediante TS-ECAP.	60
Tabla 3.1 Promedios globales de Microdureza HV en Técnicas de SPD y Material de Referencia.	86
Tabla 3.2 Incremento en Porcentaje de Dureza por Técnicas de SPD con respecto al Material de Inicio.	86
Tabla. 3.3 Valores de esfuerzo y deformación en DECAP 1-2 pases.	92
Tabla. 3.4 Valores de esfuerzo y deformación en TS-ECAP 1-2 pases.	94
Tabla 3.5 Incremento del esfuerzo máximo en técnicas de SPD, con referencia al Al6060 homogenizado sin procesar.	97
Tabla 3.6 Ductilidad en el esfuerzo máximo en técnicas de SPD, con referencia al Al6060 homogenizado sin procesar.	97
Tabla 3.7 Ductilidad en la fractura en técnicas de SPD, con referencia al Al6060 homogenizado sin procesar.	97
Tabla 3.8 Promedio de tamaño de partículas en Al6060 homogenizado procesado por SPD.	130

Tabla 3.9 Relación típica de entalpías $\Delta H$ (in J/g) presentes en varios procesos en aleaciones de Aluminio.	137
--	-----

## ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1.1 Estructura de aluminio extruido, soportando paredes de vidrio (6).	8
Fig. 1.2 Tanque criogénico de doble pared, almacenando gas natural licuado a $-160^{\circ}\text{C}$ . El interior de los tanques es de aluminio (6).	9
Fig. 1.3 Distintos dispositivos estructurales de aluminio: (a) Ring para automóvil, (b) Escalera, (c) Arnés, (d) Artículo deportivo.	9
Fig. 1.4 Estructura de aluminio soportando señalamientos sobre el cruce de ferrocarril (6).	10
Fig. 1.5 Pistones fabricados de la aleación de aluminio 1420 nanoestructurado (7).	10
Fig. 1.6 Ruta de temperatura esquemática del calentamiento de aluminio durante la producción de perfiles extruidos (8).	11
Fig. 1.7 Microestructura de la Aleación de aluminio 6061 en condición de colada, no homogenizada, atacada con 0.5 % HF. Sección tomada del centro del lingote. Precipitados $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ , segregados en los espacios interdendríticos (grises). La matriz contiene largos precipitados de $\text{Mg}_2\text{Si}$ (9).	16
Fig. 1.8 Aleación de aluminio extruida 6061 con tratamiento térmico T6, atacado con reactivo Keller. La microestructura consiste en fases $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ , largas partículas rodeadas de $\text{Mg}_2\text{Si}$ y una fina distribución de $\text{Mg}_2\text{Si}$ en la matriz (9).	16
Fig. 1.9 Dibujo esquemático del proceso de molienda de partículas en metalurgia de polvos (10).	17
Fig. 1.10 Resistencia y ductilidad de numerosos metales comunes siguiendo la tendencia de alta resistencia acompañada de baja ductilidad. La extraordinaria	

combinación de resistencia mecánica y alta ductilidad alcanzada en cobre y titanio nanoestructurados procesados por SPD claramente situados en otra parte de los materiales con tamaño de grano grueso (2). 21

Fig. 1.11 Micrografía de microscopia en transmisión de alta resolución de cobre procesado por torsión a alta presión. Región I y II forman maclas. Fallas de apilamiento mostradas en la región II, fueron generadas por una dislocación parcial emitida de un límite de grano de ángulo bajo al cual se detuvo en el interior de un grano (2). 24

Fig. 1.12 Curvas esfuerzo deformación verdadera de Cu, Ti y Ni<sub>3</sub>Al, bajo investigación por técnicas de SPD (14). 26

Fig. 1.13 Ejemplos de flujo superplástico en aleación de aluminio 7034 procesado por ECAP (2). 28

Fig. 1.14 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento presión en canal angular constante (4). 31

Fig. 1.15 Las cuatro rutas de procesamiento para ECAP (18). 33

Fig. 1.16 Microestructura de aluminio puro después de 4 pases procesada por ECAP usando rutas de procesamiento A, Ba, Bc y C (18). 33

Fig. 1.17 Microestructura en aluminio puro después de ECAP, usando ruta de procesamiento Bc. (a) un pases con deformación efectiva de 1, (b) dos pases con deformación efectiva de 2, (c) tres pases con deformación efectiva de 3 y (d) cuatro pases con deformación efectiva de 4 (18). 35

Fig. 1.18 Influencia de los radios de curvatura en la técnica de procesamiento ECAP (3)... 36

Fig. 1.19 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento torsión a alta presión (4).... 37



Fig. 1.20 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento unión por laminación acumulada (4).	39
Fig. 1.21 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento forja multiaxial (4).	40
Fig. 1.22 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento compresión y extrusión cíclica (4).	41
Fig. 1.23 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento doblado y enderezado repetitivo (11).	42
Fig. 1.24 Dibujo esquemático de la técnica de procesamiento extrusión torsional (4).	43
Fig. 2.1 Programa general de experimentación para la caracterización de Al 6060 procesado por SPD.	46
Fig. 2.2 Prototipo del dado ensamblado para SPD. (Vista isométrica).	48
Fig. 2.3 Configuraciones en dado cilíndrico para diversas técnicas de SPD, 1. TS-ECAP, 2. DECAP, 3. ECAP, 4. FMD.	48
Fig. 2.4 Dado fabricado para SPD.	49
Fig. 2.5 Diagrama del Tratamiento térmico de homogenizado.	50
Fig. 2.6 Probetas rectangulares Al 6060 (12.7mm x 35 mm) utilizadas en SPD.	50
Fig. 2.7 Secuencia de Procesamiento por Deformación Plástica Severa.	52
Fig. 2.8 Simulación de ECAP 1 pases mediante software de elemento finito (Deform 3D)...	53
Fig. 2.9 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica ECAP de 1-6 pases (vista superior).	54
Fig. 2.10 Banda de corte en probetas ECAP 1-6 pases (vista longitudinal).	54

Fig. 2.11 Simulación de DECAP 1 pase mediante software de elemento finito (Deform 3D).	56
Fig. 2.12 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica DECAP de 1-2 pases.	57
Fig. 2.13 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica DECAP de 1-2 pases (vista desde la parte inferior).	57
Fig. 2.14 Probetas de 1 pase (lado izquierdo) y 2 pases (lado derecho), procesadas por DECAP.	58
Fig. 2.15 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica TS-ECAP de 1-2 pases.	59
Fig. 2.16 Probetas (a) y (b) deformadas mediante la técnica DECAP de 1-2 pases (vista desde la parte inferior).	60
Fig. 2.17 Probetas de 1 pase (lado izquierdo) y 2 pases (lado derecho), procesadas por TS-ECAP.	60
Fig. 2.18 Diagrama del Tratamiento térmico de Envejecido.	61
Fig. 2.19 Corte en secciones de muestras procesadas por SPD.	63
Fig. 2.20 Corte longitudinal de muestra deformada por ECAP, montada en resina epóxica y pulida hasta lija 2400.	64
Fig. 2.21 Secuencia experimental para Mapas de microdureza.	65
Fig. 2.22 Diseño de probeta para ensayo de tensión (acotaciones en mm).	66
Fig. 2.23 Secuencia experimental de preparación de muestras para microscopia óptica y SEM.	67
Fig. 2.24 Secuencia experimental de preparación de muestras para microscopia electrónica en transmisión.	69
Fig. 2.25 Secuencia experimental de preparación de muestras para DSC.	70

	149
Fig. 3.1 Probeta 4 pases procesada por ECAP.	71
Fig. 3.2 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 1 pase (vista corte longitudinal).	72
Fig. 3.3 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 2 pases (vista corte longitudinal).	73
Fig. 3.4 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 3 y 4 pases (vista corte longitudinal).	74
Fig. 3.5 Mapas de microdureza Vickers en ECAP 5 y 6 pases (vista corte longitudinal).	75
Fig. 3.6 Mapas de microdureza Vickers en DECAP 1 pase (vista corte longitudinal).	76
Fig. 3.7 Mapas de microdureza Vickers en DECAP 2 pases (vista corte longitudinal).	77
Fig. 3.8 Mapas de microdureza Vickers en TS-ECAP 1 Y 2 pases (vista corte longitudinal)...	78
Fig. 3.9 Simulación en Deform 3D, resultados de deformación efectiva (a) ECAP 1 pase y (b) DECAP 1 pase.	81
Fig. 3.10 Mapas de microdureza Vickers en ECAP, DECAP, TS-ECAP 2 pases y su relación con el sentido de flujo.	82
Fig. 3.11 Promedios de microdureza Vickers en ECAP, DECAP, TS-ECAP y efecto del tratamiento térmico de envejecido.	84
Fig. 3.12 Ensayos de tensión ECAP 1-6 pases con y sin tratamiento de envejecido.	88
Fig. 3.13 Esfuerzo máximo producido por ECAP en función del no de pases y efecto del tratamiento térmico de envejecido.	90
Fig. 3.14 Ductilidad en función del número de pases y efecto del tratamiento térmico de envejecido en ECAP.	90
Fig. 3.15 Ensayos de tensión DECAP 1-2 pases con y sin tratamiento de envejecido.	91
Fig. 3.16 Ensayos de tensión TS-ECAP 1-2 pases con y sin tratamiento de envejecido.	93

Fig. 3.17 Grafica comparativa entre técnicas de SPD con tratamiento de envejecido con respecto al Al6060 homogenizado sin procesar. 94

Fig. 3.18 Curvas con mejor relación esfuerzo-deformación por técnicas de SPD, en comparación con el Al6060 homogenizado. 96

Fig. 3.19 Micrografía Al6060 estándar (microestructura original). 98

Fig. 3.20 Micrografía Al6060, T.T. 530 °C, 2 hrs. Enfriado en agua (microestructura inicial antes del procesamiento por técnicas de SPD). 99

Fig. 3.21 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por ECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión. 101

Figura 3.22 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por DECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión. 102

Fig. 3.23 Microestructura de Al6060 (homogenizado), procesado por TS-ECAP 1 pase y su relación con el sentido de flujo de extrusión. 105

Fig.3.24 Micrografía adquirida por microscopia electrónica en transmisión de Al6060 extruido con tratamiento de homogenizado procesado por TS-ECAP en 2 pases (escala microbarra, 500 nm). 108

Fig. 3.25 Micrografía adquirida por microscopia electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por TS-ECAP 2 pases (escala microbarra, 500 nm). 109

Fig. 3.26 Micrografía adquirida por microscopía electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por DECAP 2 pases (escala microbarra 200 nm). 112

Fig. 3.27 Micrografía adquirida por microscopia electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado procesado por ECAP 6 pases (microbarra, escala 200 nm). 113

Fig. 3.28 Micrografía adquirida por microscopia electrónica de transmisión de Al6060 extruido con tratamiento térmico de homogenizado, procesado por ECAP en 6 pases (microbarra, escala 100 nm). 114

Fig.3.29 Micrografía adquirida por microscopia electrónica de transmisión de Al6060 (homogenizado) procesado por ECAP en 6 pases (microbarra, escala 100 nm). 115

Fig. 3.30 Precipitados  $\alpha$ -AlFeCrSi en la Aleación de Al6060, extruida por ECAP seis pases (microbarra, escala 50 nm). 116

Fig. 3.31 Microanálisis químico en una partícula. 116

Fig. 3.32 Microanálisis de composición química en precipitado de Al6060. 120

Fig. 3.33 Micrografía de partícula fragmentada en ECAP 2 pases. 121

Fig. 3.34 Micrografía de partícula fragmentada en Aluminio estándar (extrusión convencional). 121

Fig. 3.35 Partículas fragmentadas por técnicas de SPD: (a) ECAP pase 6, (b) DECAP pase 1 y (c) TS-ECAP pase 2. 122

Fig. 3.36 Orientación de fases en Al6060 homogenizado, por efecto de deformación plástica severa en el método TS-ECAP procesado en un pase de extrusión. 123

Fig. 3.37 Orientación de fases en el Al6060 procesado por métodos de extrusión convencionales. 124

Fig. 3.38 Orientación de fases en Al6060 por efecto de deformación plástica severa en el método ECAP procesado en dos pases de extrusión. 125

Fig. 3.39 Programa para análisis de imágenes "ImageJ 1.42q". 126

Fig. 3.40 Histogramas de tamaño de fases en Al6060 estándar, Al 6060 Homogenizado y procesado por ECAP 1,2 y 6 pases. 127

Fig. 3.41 Histogramas de tamaño de fases en Al 6060 Homogenizado procesado por DECAP 1,2 pases y TS-ECAP 1,2 pases. 128

Fig. 3.42 Relación tamaño y número en partículas por distribución acumulada en por ciento. 129

Fig. 3.43 Termogramas de DSC, para las muestras de Al 6060 a diferentes niveles de deformación. 131

Fig. 3.44 Termogramas en la región del “pico A”, identificado en la fig. 3.43. 132

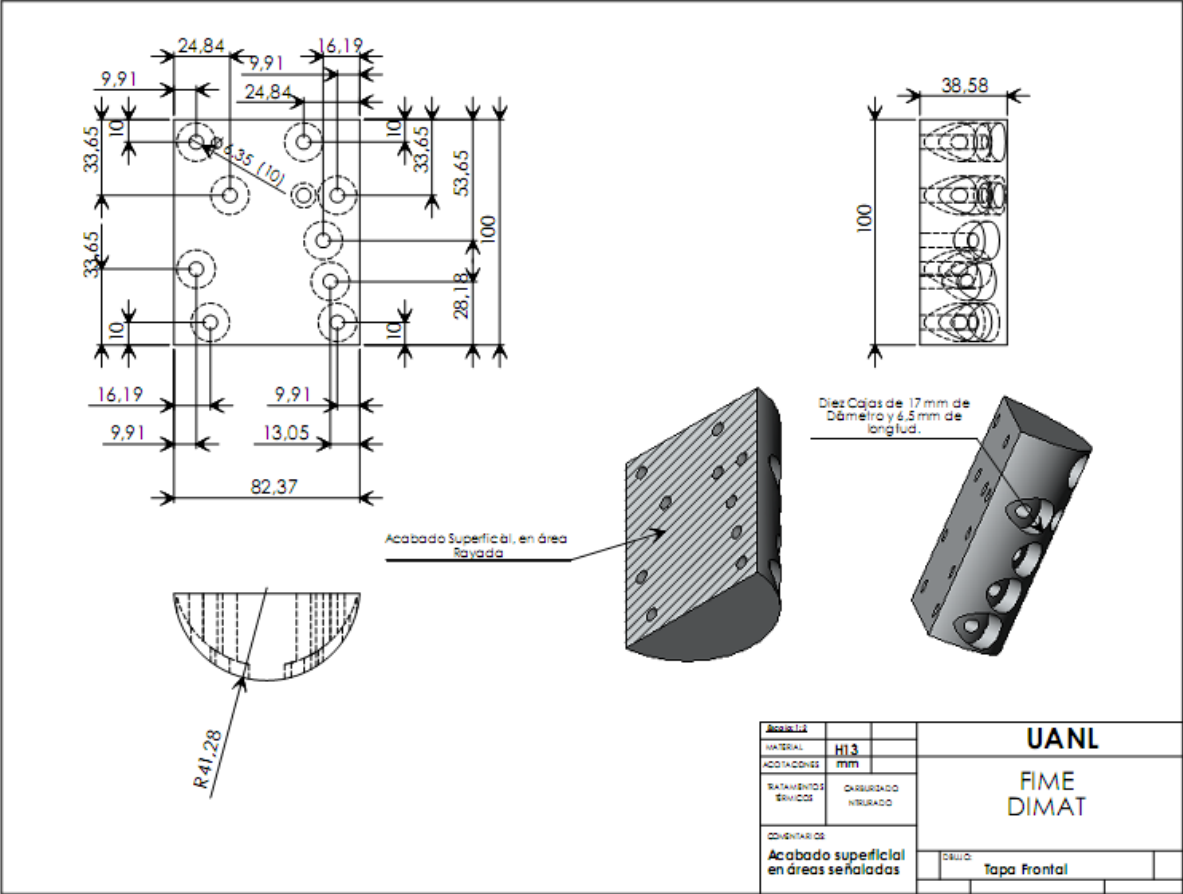
Fig. 3.45 Termogramas en la región del “pico B”, identificado en la fig. 3.43. 133

Fig. 3.46. Termogramas en la región del “pico C”, identificado en la fig. 3.43. 134

Fig. 3.47 Termogramas en la región de los “picos B y C”, identificado en la fig.3.43. 135

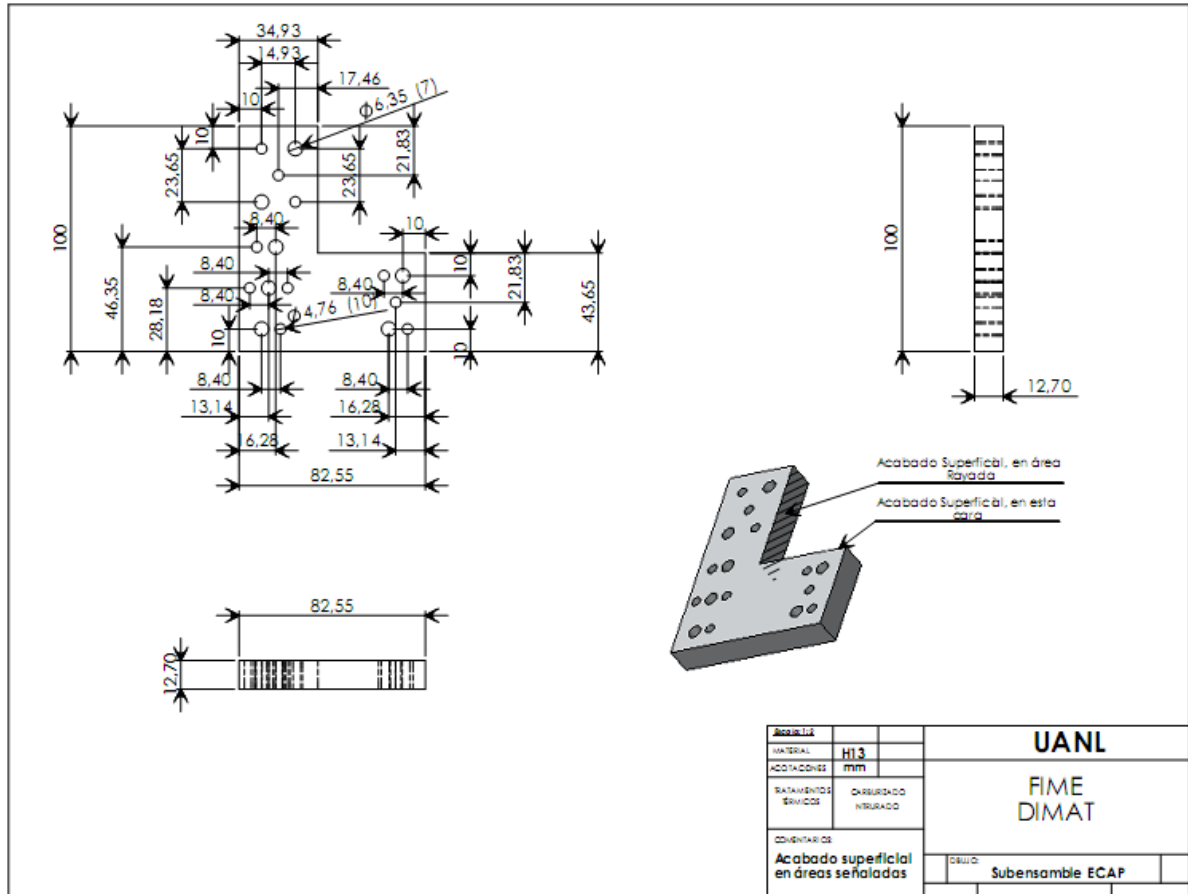
Fig. 3.48 Diagrama de equilibrio Al6060 en base al contenido de Mn, adquirido mediante simulación en el programa Thermo-Calc. 137



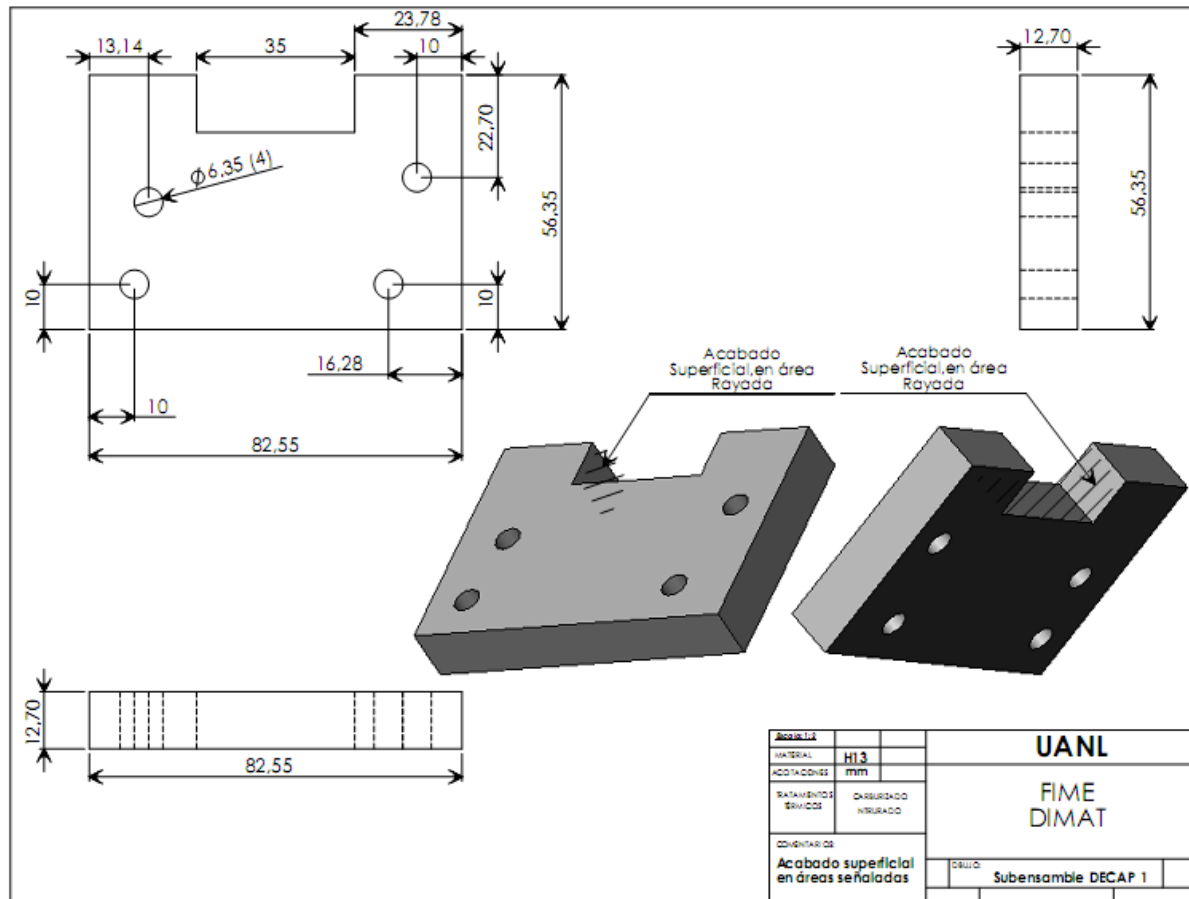


Tapa frontal del dado

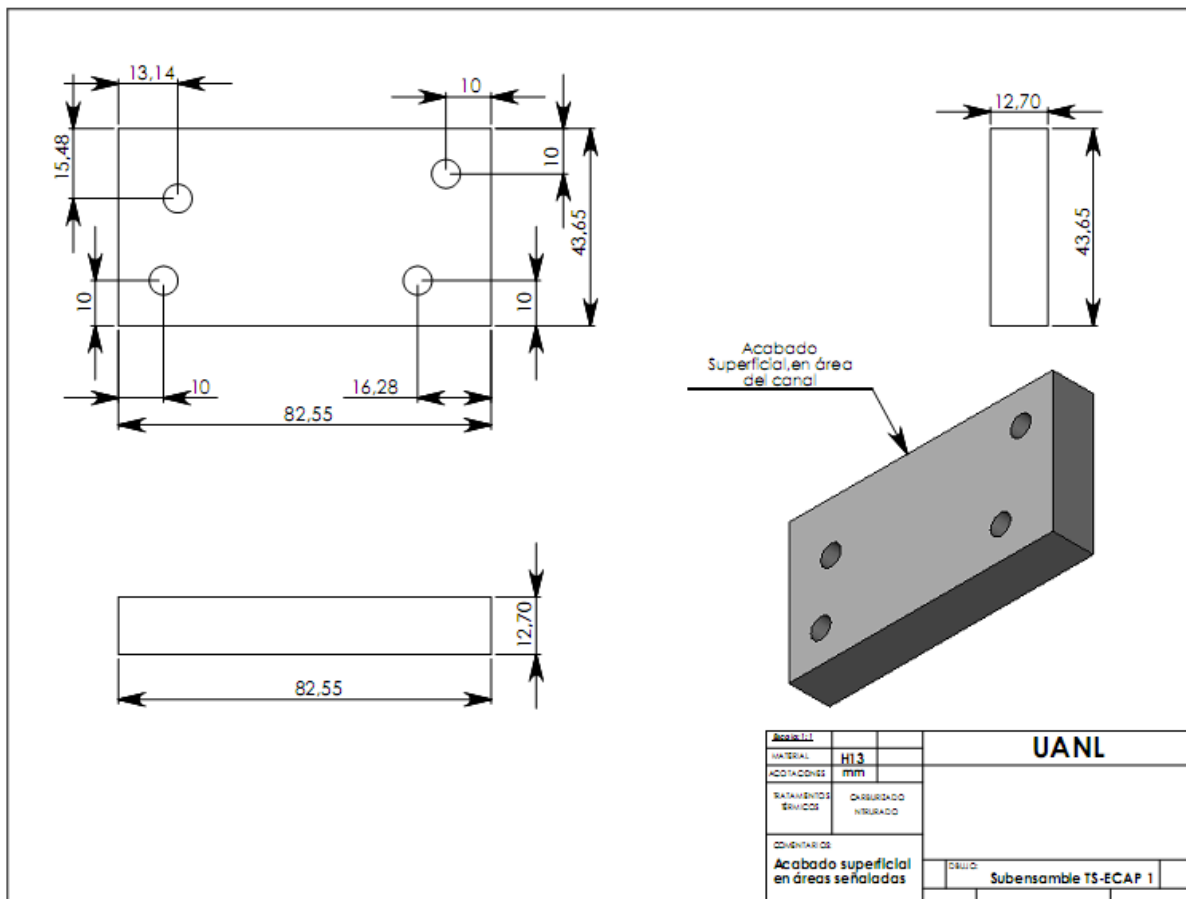




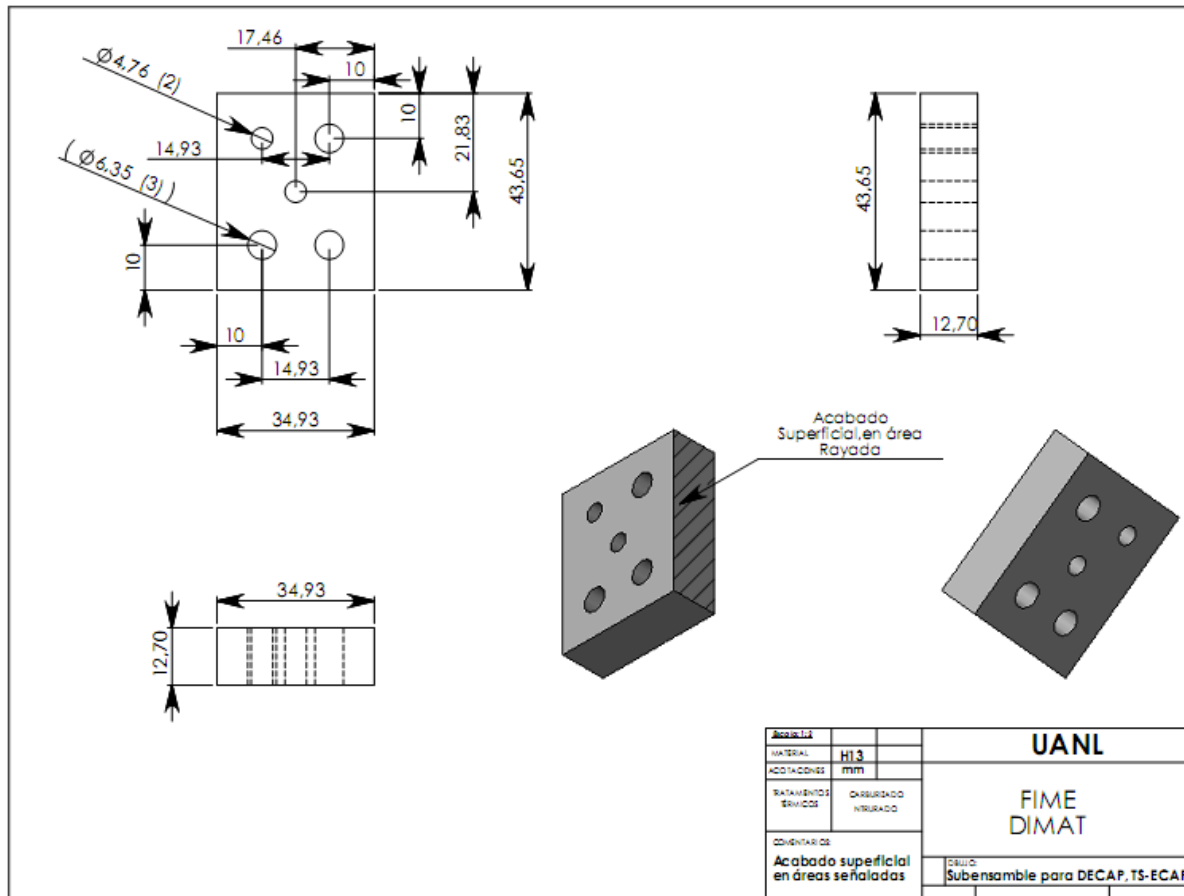
## Configuración ECAP



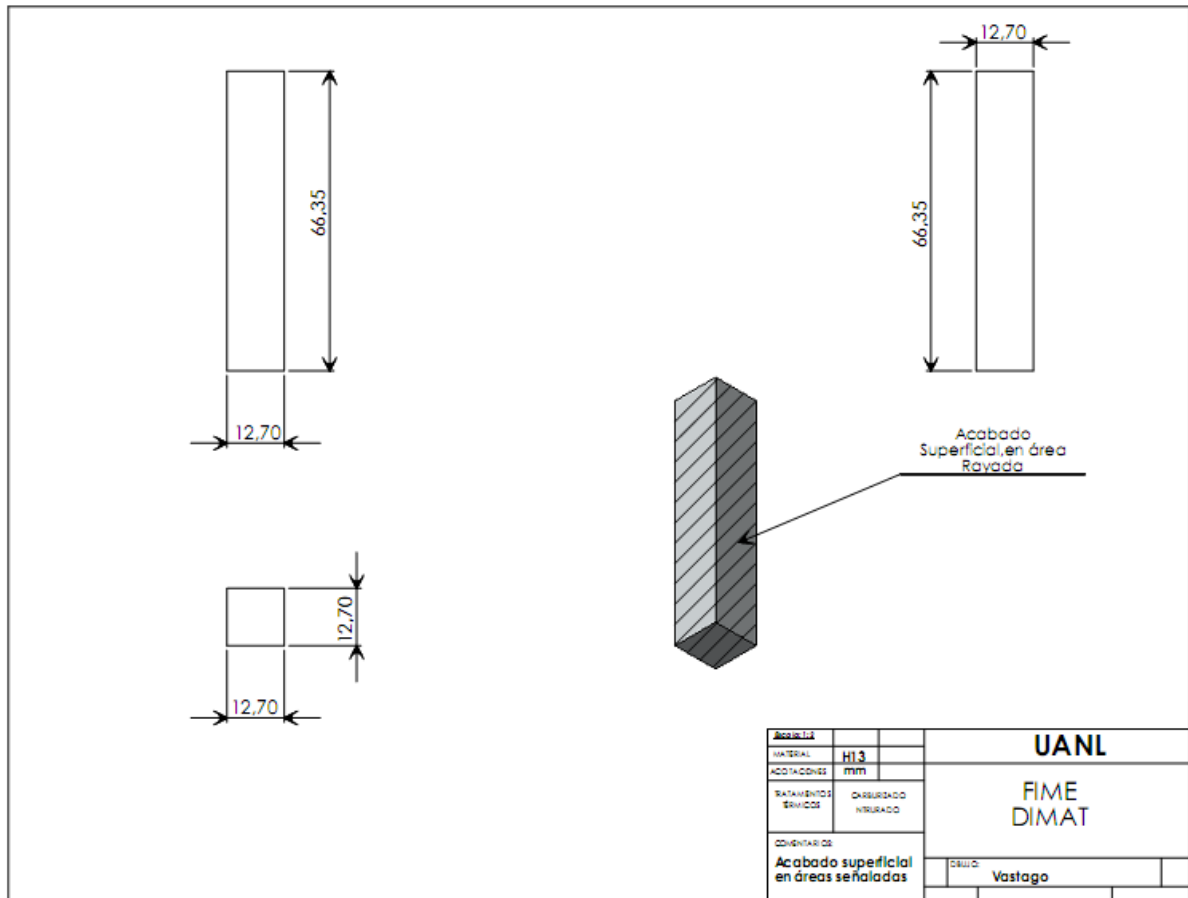
Configuración DECAP



Configuración TS-ECAP



Subensamble para las configuraciones DECAP y TS-ECAP



Vástago para técnicas de SPD